

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-72023

(P2010-72023A)

(43) 公開日 平成22年4月2日(2010.4.2)

(51) Int.Cl.	F 1	テーマコード (参考)
G 0 3 G 5/06 (2006.01)	G 0 3 G 5/06 3 1 3	2 H 0 6 8
G 0 3 G 5/00 (2006.01)	G 0 3 G 5/00 1 0 1	

審査請求 未請求 請求項の数 11 O L (全 55 頁)

(21) 出願番号	特願2008-236006 (P2008-236006)	(71) 出願人	000006747
(22) 出願日	平成20年9月16日 (2008.9.16)		株式会社リコー
			東京都大田区中馬込1丁目3番6号
		(74) 代理人	100105681
			弁理士 武井 秀彦
		(74) 代理人	100119437
			弁理士 吉村 康男
		(72) 発明者	岩本 貴文
			東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式
			会社リコー内
		(72) 発明者	多田 裕美
			東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式
			会社リコー内

最終頁に続く

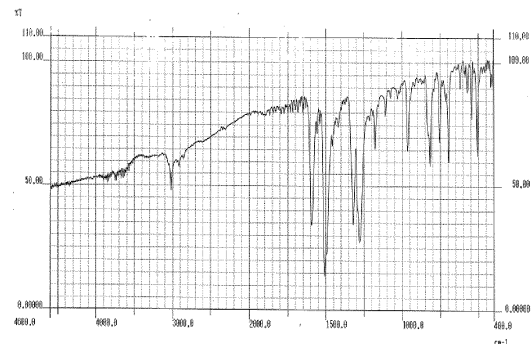
(54) 【発明の名称】 ジスチリルベンゼン化合物混合物及び該化合物混合物を用いた電子写真感光体

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】有機溶剤に対する溶解性を向上することで、感光体特性において問題となるクラッキング現象を改善でき、さらに高感度、高耐久性を有する電子写真感光体を実現し得る電荷輸送剤として有用であるジスチリルベンゼン化合物混合物、および該化合物を用いた電子写真感光体を提供する。

【解決手段】導電性支持体に感光層を有する電子写真感光体であって、感光層は特定の構造で表わされる3種類の対称型ジスチリルベンゼン化合物から選択される2種類または3種類の対称型ジスチリルベンゼン化合物と、特定の構造で表わされる3種類の非対称型ジスチリルベンゼン化合物から選択される1乃至3種類の非対称型ジスチリルベンゼン化合物とを含むジスチリルベンゼン化合物混合物を含有する。

【選択図】図1



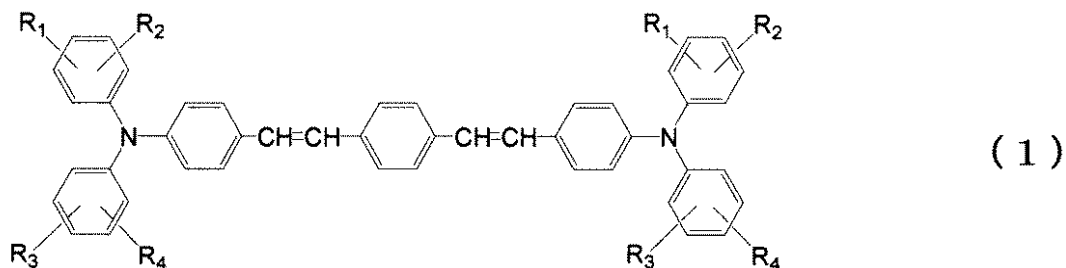
【特許請求の範囲】

【請求項 1】

導電性支持体に少なくとも感光層を有する電子写真感光体であって、該感光層は下記一般式(1)、一般式(2)および一般式(3)で表わされる3種類の対称型ジスチリルベンゼン化合物から選択される2種類または3種類の対称型ジスチリルベンゼン化合物と、下記一般式(4)、一般式(5)および一般式(6)で表わされる3種類の非対称型ジスチリルベンゼン化合物から選択される1乃至3種類の非対称型ジスチリルベンゼン化合物とを含むジスチリルベンゼン化合物混合物を含有することを特徴とする電子写真感光体。

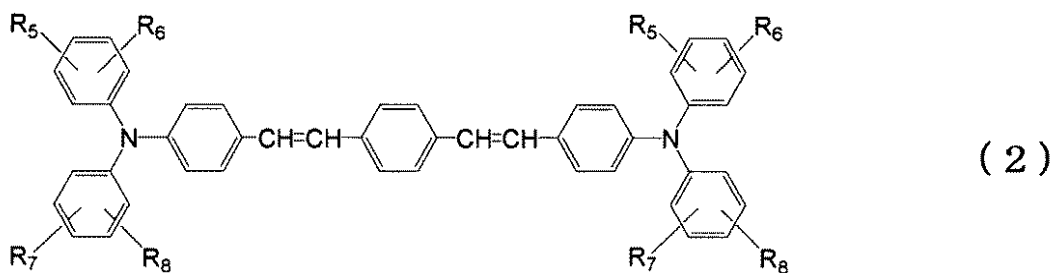
【化 1】

10



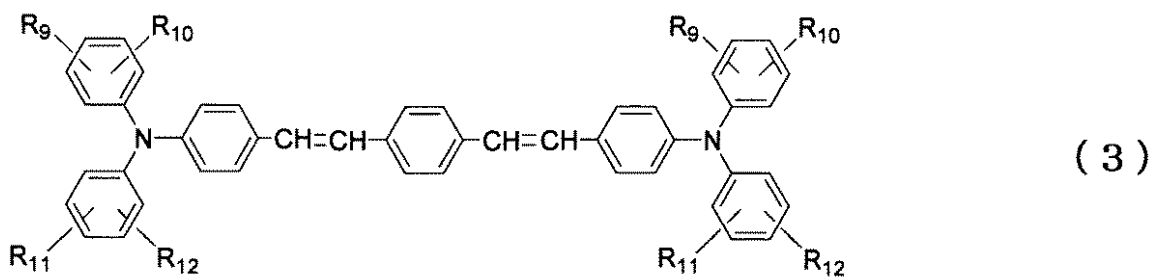
【化 2】

20



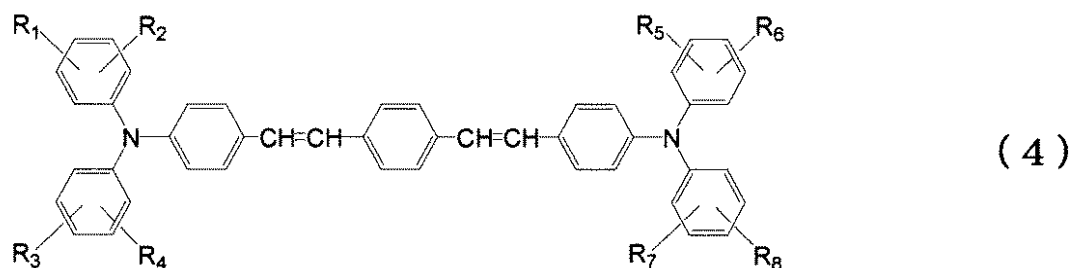
【化 3】

30

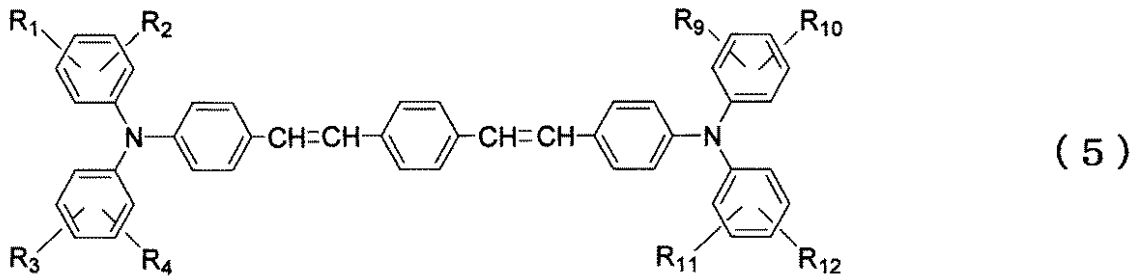


【化 4】

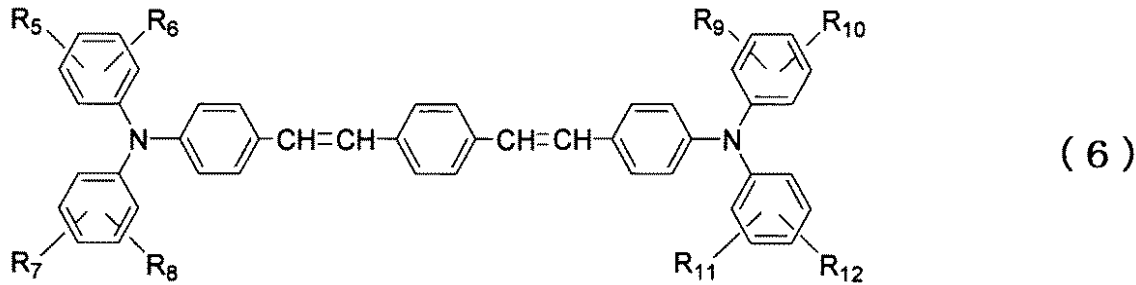
40



【化 5】



【化 6】



10

20

(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 、 R_6 、 R_7 、 R_8 、 R_9 、 R_{10} 、 R_{11} および R_{12} はそれぞれ独立して水素原子、アルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、ハロゲン原子、二置換アミノ基、置換もしくは無置換のフェニル基を表わし、 R_1 と R_2 、 R_3 と R_4 、 R_5 と R_6 、 R_7 と R_8 、 R_9 と R_{10} 、 R_{11} と R_{12} は共同で環を形成してもよい。但し、置換基群 R_5 、 R_6 、 R_7 および R_8 と置換基群 R_9 、 R_{10} 、 R_{11} および R_{12} と置換基群 R_1 、 R_2 、 R_3 および R_4 は置換基または置換位置が少なくとも1つ異なっているものとする。)

【請求項 2】

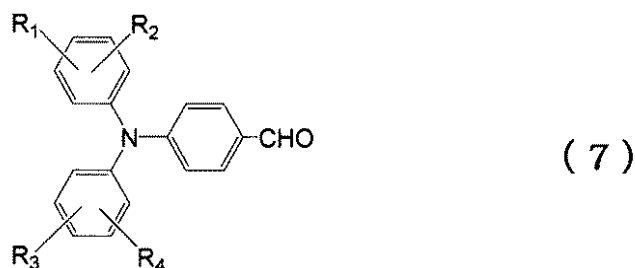
前記ジスチリルベンゼン化合物混合物は、前記一般式(4)～(6)で表わされる化合物のうち、最も多く含む非対称型ジスチリルベンゼン化合物の含有率が1～50質量%であることを特徴とする請求項1に記載の電子写真感光体。

【請求項 3】

導電性支持体上に少なくとも感光層を設けた電子写真感光体であって、該感光層に下記一般式(7)、一般式(8)で表わされる2種類のジフェニルアミノベンズアルデヒド化合物とp-キシレン- α 、 α' -ジイルジホスホン酸テトラエチルとの一段階の反応によって合成されるジスチリルベンゼン化合物混合物を含有することを特徴とする電子写真感光体。

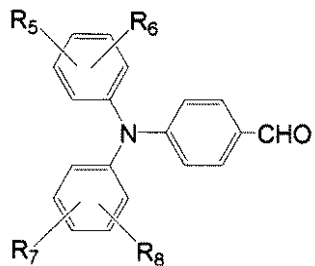
30

【化 7】



40

【化 8】



(8)

(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 、 R_6 、 R_7 、 R_8 はそれぞれ独立して水素原子、アルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、ハロゲン原子、二置換アミノ基、置換もしくは無置換のフェニル基を表わし、 R_1 と R_2 、 R_3 と R_4 、 R_5 と R_6 、 R_7 と R_8 は共同で環を形成してもよい。但し、置換基群 R_5 、 R_6 、 R_7 および R_8 と置換基群 R_1 、 R_2 、 R_3 および R_4 は置換基または置換位置が少なくとも1つ異なっているものとする。)

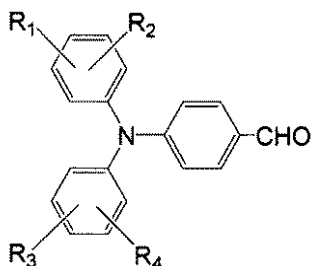
10

【請求項 4】

導電性支持体上に少なくとも感光層を設けた電子写真感光体であって、該感光層に下記一般式(7)、一般式(8)で表わされる2種類のジフェニルアミノベンズアルデヒド化合物とp-キシレン- α 、 α' -ジイルジホスホン酸テトラエチルとの一段階の反応によって合成される下記一般式(1)、一般式(2)で表わされる2種類の対称型ジスチリルベンゼン化合物と、下記一般式(4)で表わされる1種類の非対称型ジスチリルベンゼン化合物とを含むジスチリルベンゼン化合物混合物を含有することを特徴とする電子写真感光体。

20

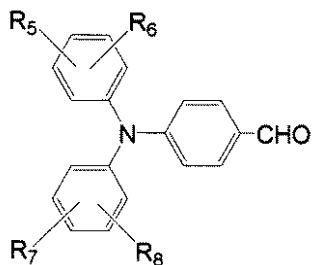
【化 9】



(7)

30

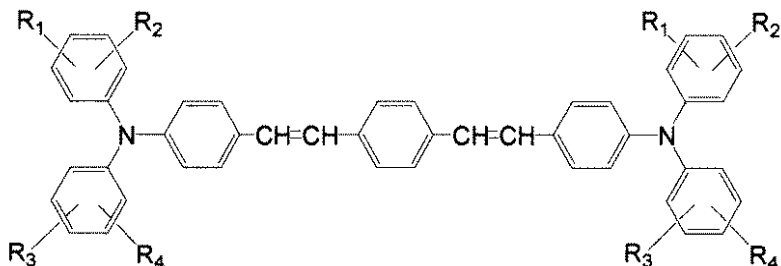
【化 10】



(8)

40

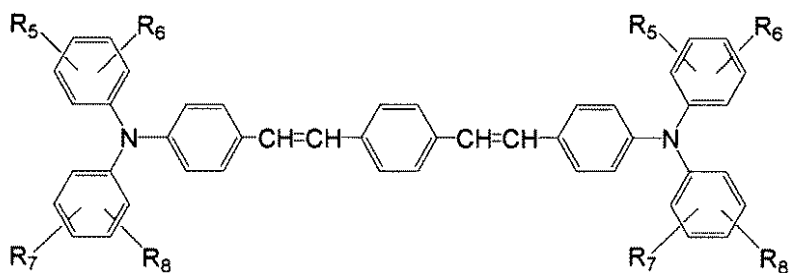
【化 11】



(1)

50

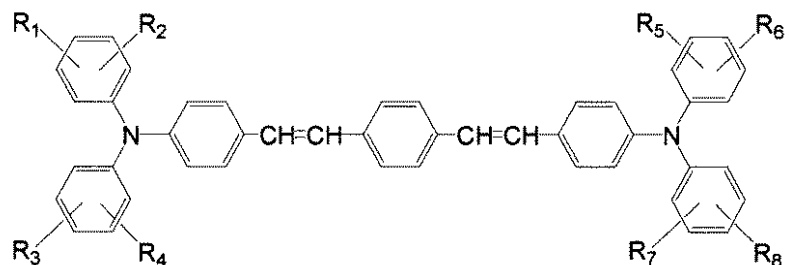
【化 1 2】



(2)

10

【化 1 3】



(4)

(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 、 R_6 、 R_7 、 R_8 はそれぞれ独立して水素原子、アルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、ハロゲン原子、二置換アミノ基、置換もしくは無置換のフェニル基を表わし、 R_1 と R_2 、 R_3 と R_4 、 R_5 と R_6 、 R_7 と R_8 は共同で環を形成してもよい。但し、置換基群 R_5 、 R_6 、 R_7 および R_8 と置換基群 R_1 、 R_2 、 R_3 および R_4 は置換基または置換位置が少なくとも1つ異なっているものとする。)

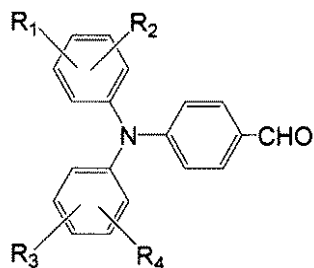
20

【請求項 5】

導電性支持体上に少なくとも感光層を設けた電子写真感光体において、該感光層に下記一般式(7)、一般式(8)および一般式(9)で表わされる3種類のジフェニルアミノベンズアルデヒド化合物とp-キシレン- α 、 α' -ジイルジホスホン酸テトラエチルとの一段階の反応によって合成されるジスチリルベンゼン化合物混合物を含有することを特徴とする電子写真感光体。

30

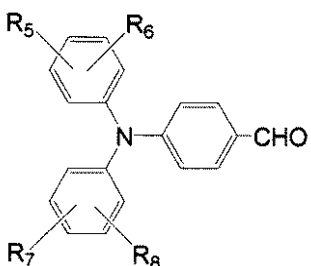
【化 1 4】



(7)

40

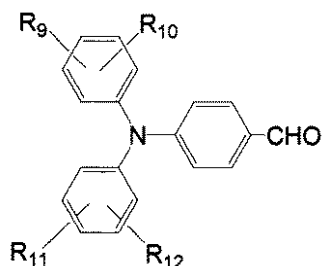
【化 1 5】



(8)

50

【化 1 6】



(9)

(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 、 R_6 、 R_7 、 R_8 、 R_9 、 R_{10} 、 R_{11} および R_{12} はそれぞれ独立して水素原子、アルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、ハロゲン原子、二置換アミノ基、置換もしくは無置換のフェニル基を表わし、 R_1 と R_2 、 R_3 と R_4 、 R_5 と R_6 、 R_7 と R_8 、 R_9 と R_{10} 、 R_{11} と R_{12} は共同で環を形成してもよい。但し、置換基群 R_5 、 R_6 、 R_7 および R_8 と置換基群 R_9 、 R_{10} 、 R_{11} および R_{12} と置換基群 R_1 、 R_2 、 R_3 および R_4 は置換基または置換位置が少なくとも1つ異なっているものとする。)

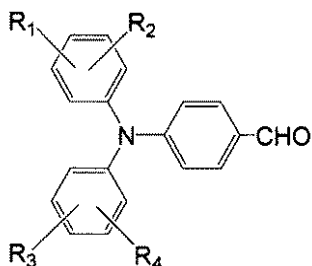
10

【請求項 6】

導電性支持体上に少なくとも感光層を設けた電子写真感光体において、該感光層に下記一般式(7)、一般式(8)および一般式(9)で表わされる3種類のジフェニルアミノベンズアルデヒド化合物とp-キシレン- α 、 α' -ジイルジホスホン酸テトラエチルとの一段階の反応によって合成される下記一般式(1)、一般式(2)および一般式(3)で表わされる3種類の対称型ジスチリルベンゼン化合物と、下記一般式(4)、一般式(5)および一般式(6)で表わされる3種類の非対称型ジスチリルベンゼン化合物とを含むジスチリルベンゼン化合物混合物を含有することを特徴とする電子写真感光体。

20

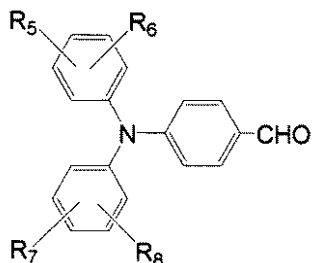
【化 1 7】



(7)

30

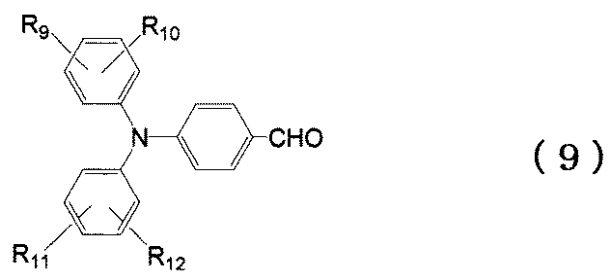
【化 1 8】



(8)

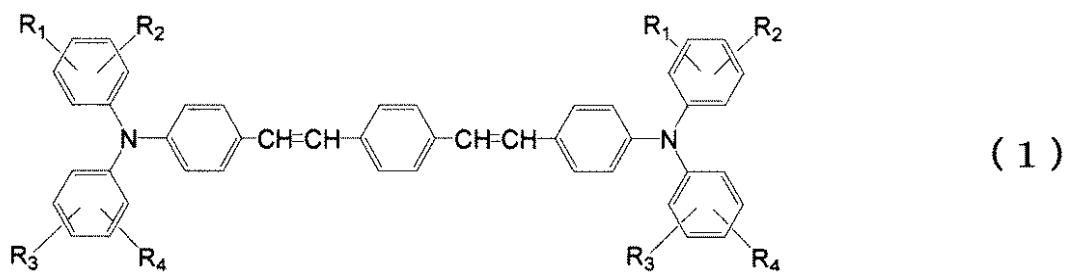
40

【化 1 9】



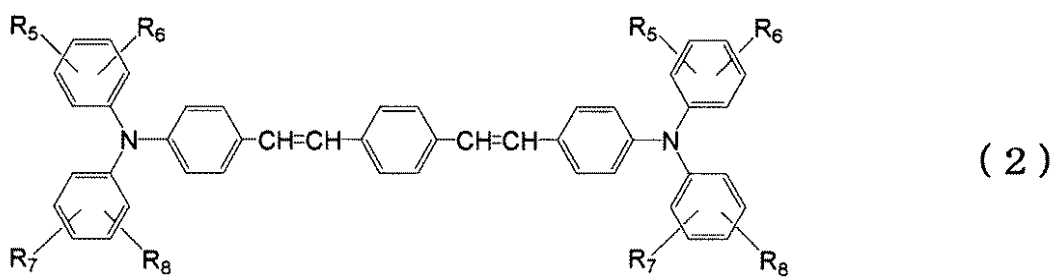
【化 2 0】

10



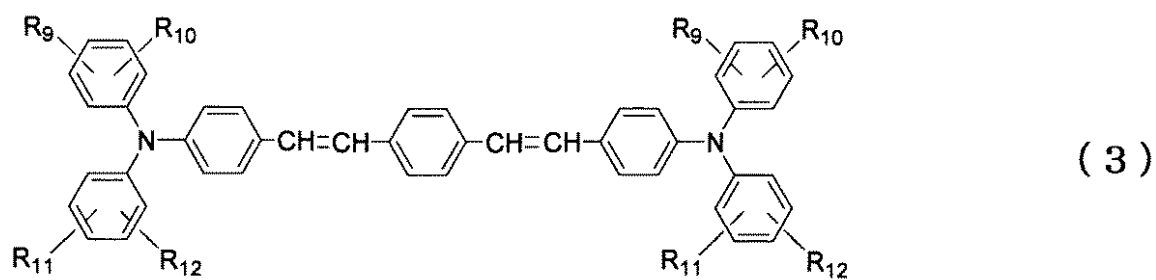
【化 2 1】

20



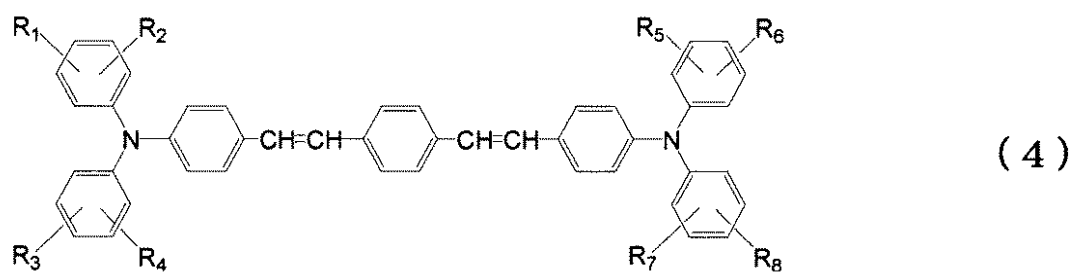
【化 2 2】

30

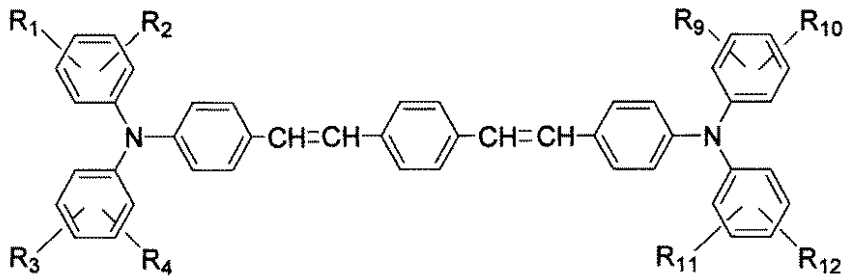


【化 2 3】

40

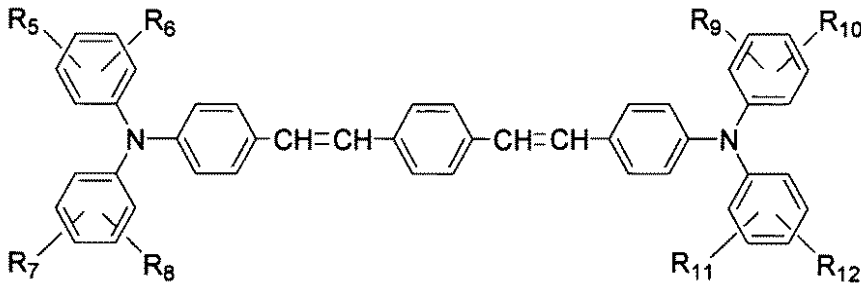


【化 2 4】



(5)

【化 2 5】



(6)

10

20

30

40

50

(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 、 R_6 、 R_7 、 R_8 、 R_9 、 R_{10} 、 R_{11} および R_{12} はそれぞれ独立して水素原子、アルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、ハロゲン原子、二置換アミノ基、置換もしくは無置換のフェニル基を表わし、 R_1 と R_2 、 R_3 と R_4 、 R_5 と R_6 、 R_7 と R_8 、 R_9 と R_{10} 、 R_{11} と R_{12} は共同で環を形成してもよい。但し、置換基群 R_5 、 R_6 、 R_7 および R_8 と置換基群 R_9 、 R_{10} 、 R_{11} および R_{12} と置換基群 R_1 、 R_2 、 R_3 および R_4 は置換基または置換位置が少なくとも1つ異なっているものとする。)

【請求項 7】

請求項 1 乃至 6 のいずれかに記載のジスチリルベンゼン化合物混合物を使用し、電子写真感光体のクラッキングを防止することを特徴とする方法。

【請求項 8】

請求項 1 乃至 6 のいずれかに記載のジスチリルベンゼン化合物混合物を使用し、有機溶剤に対する溶解性を向上させ、電子写真感光体のクラッキングを防止することを特徴とする電子写真感光体のクラッキングを防止する方法。

【請求項 9】

少なくとも帯電手段、露光手段、現像手段、転写手段、及び電子写真感光体を具備してなる画像形成装置において、該電子写真感光体が請求項 1 乃至 6 のいずれかに記載の電子写真感光体であることを特徴とする画像形成装置。

【請求項 10】

電子写真感光体と帯電手段、露光手段、現像手段、転写手段、及びクリーニング手段から選ばれる少なくとも1つの手段とが一体となったカートリッジを搭載し、かつ該カートリッジが装置本体に対し着脱自在であることを特徴とする請求項 9 に記載の画像形成装置。

【請求項 11】

電子写真感光体と帯電手段、露光手段、現像手段、転写手段、及びクリーニング手段から選ばれる少なくとも1つの手段とが一体となったカートリッジにおいて、該電子写真感光体が請求項 1 乃至 6 のいずれかに記載の電子写真感光体であることを特徴とする画像形成装置用プロセスカートリッジ。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、有機溶剤に対する電荷輸送剤の溶解性不足により生じる電子写真感光体のク

ラッキング現象を改善でき、電荷輸送剤として有用である有機溶剤に対する溶解性を向上させたジスチリルベンゼン化合物混合物を用いた電子写真感光体に関するものである。

【背景技術】

【0002】

電子写真感光体は可視光から赤外光まで各種露光光源に対応した材料が開発しやすいこと、環境汚染の影響が少ない材料を選択できること、製造コストが安いことなどの理由により、無機感光体に対して有利な点が多い。電子写真感光体の電荷輸送剤としては、例えばオキサジアゾール化合物（例えば、特許文献1参照）、オキサゾール化合物（例えば、特許文献2参照）、ピラゾリン化合物（例えば、特許文献3参照）、ヒドラゾン化合物（例えば、特許文献4～7参照）、ジアミン化合物（例えば、特許文献8参照）、スチルベン化合物（例えば、特許文献9～11参照）、ブタジエン化合物（例えば、特許文献12参照）等がある。これらの電荷輸送剤は優れた特性を有し、実用化されているものがあるが、近年、画像形成装置の高速化並びに小型化が急速に進行するに伴って、電荷輸送機能の更なる向上が必要不可欠となっており、特に高移動度を有する電荷輸送剤の開発が強く求められている。

10

高移動度を有する電荷輸送剤は、 π 共役が発達した分子構造が有利であるが、その場合に分子サイズが大きくなり、溶解性が低下したり、結晶化しやすくなるなどの不具合が生じる。感光体の電荷輸送層に用いる場合は、電荷輸送剤をバインダー樹脂とともに溶剤に溶解させ膜を形成する必要がある。例えば、移動度に優れる電荷輸送剤があったとしても、溶剤に溶解できなければ実用性はないことになる。

20

【0003】

高移動度を有する電荷輸送剤としては、ジスチリルベンゼン化合物を電子写真感光体の用途として用いているものが開示されている（特許文献13参照）。ジスチリルベンゼン化合物は耐久性、感度、ドリフト移動度等は優れているが、有機溶剤に対する溶解性に乏しい。溶解性が乏しいと、電荷輸送性に影響を与える上、一度溶解したとしても後から結晶化したり、微小なクラックが形成されたりすることがあり、溶解性が低いことが及ぼす影響は非常に大きい。

バインダー樹脂への相溶性を改善したジスチリルベンゼン化合物を得る手法もあるが（特許文献14参照）、ジスチリルベンゼン化合物の対称性を考慮したものではなく、また製造工程が長く、安価に製造することが困難であり、実用レベルにあるとは言い難い。また、一段階の反応で得た複数のスチリル基を有する化合物混合物を電子写真感光体の材料として使用しているものがある（特許文献15参照）。この方法で得られる混合物はオリゴマーであり、不純物を多く含んでいる。そのため、電荷輸送剤としての機能が高くない。また、一段階の反応でp-ターフェニル化合物混合物を合成しているものがある（特許文献16参照）。この方法で得られる混合物は有機溶剤に対する溶解性が高く、純度も高い。しかしながら、電荷輸送剤の移動度は今後の電子写真感光体のさらなる特性向上には十分ではない。このように高いドリフト移動度を有し、低コストで製造可能であり、有機溶剤に対する優れた溶解性を有する電荷輸送剤および該電荷輸送剤を用いた電子写真感光体は見出されていない。

30

【0004】

40

【特許文献1】特公昭34-005466号公報

【特許文献2】特開昭56-123544号公報

【特許文献3】特公昭52-041880号公報

【特許文献4】特公昭55-042380号公報

【特許文献5】特公昭61-040104号公報

【特許文献6】特公昭62-035673号公報

【特許文献7】特公昭63-035976号公報

【特許文献8】特公昭58-032372号公報

【特許文献9】特公昭63-018738号公報

【特許文献10】特公昭63-019867号公報

50

【特許文献 1 1】特公平 3 - 0 3 9 3 0 6 号公報
 【特許文献 1 2】特開昭 6 2 - 0 3 0 2 5 5 号公報
 【特許文献 1 3】特許第 2 5 5 2 6 9 5 号公報
 【特許文献 1 4】特許第 3 7 2 0 9 2 7 号公報
 【特許文献 1 5】特開 2 0 0 5 - 1 8 1 6 7 9 号公報
 【特許文献 1 6】W O 2 0 0 7 / 0 8 6 4 3 9 A 1

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明の目的は、有機溶剤に対する溶解性を向上することで、感光体特性において問題となるクラッキング現象を改善でき、さらに高感度、高耐久性を有する電子写真感光体を実現し得る電荷輸送剤として有用であるジスチリルベンゼン化合物混合物、および該化合物を用いた電子写真感光体を提供することにある。

10

【課題を解決するための手段】

【0006】

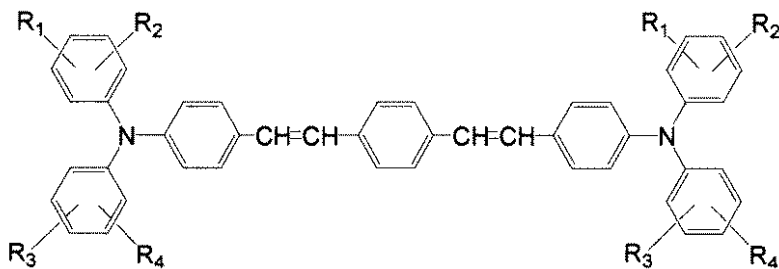
上記課題は本発明の以下の(1)～(11)によって解決される。

(1)「導電性支持体に少なくとも感光層を有する電子写真感光体であって、該感光層は下記一般式(1)、一般式(2)および一般式(3)で表わされる3種類の対称型ジスチリルベンゼン化合物から選択される2種類または3種類の対称型ジスチリルベンゼン化合物と、下記一般式(4)、一般式(5)および一般式(6)で表わされる3種類の非対称型ジスチリルベンゼン化合物からから選択される1乃至3種類の非対称型ジスチリルベンゼン化合物とを含むジスチリルベンゼン化合物混合物を含有することを特徴とする電子写真感光体；

20

【0007】

【化1】

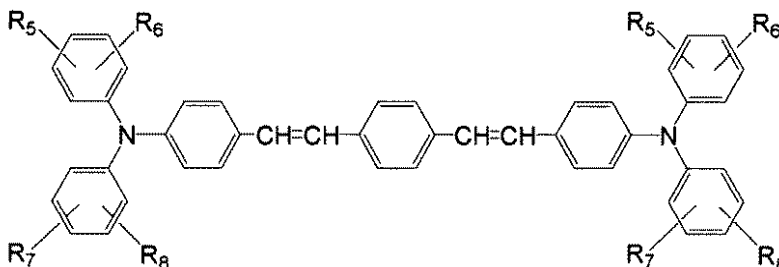


(1)

30

【0008】

【化2】

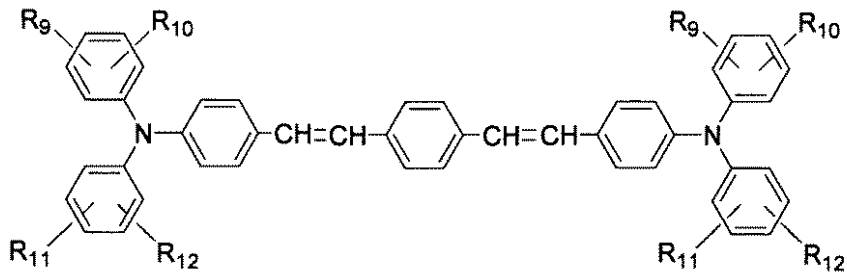


(2)

40

【0009】

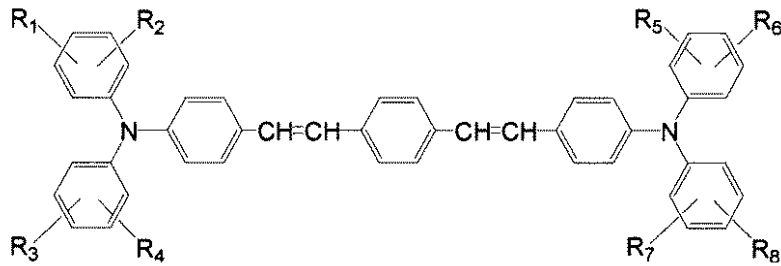
【化 3】



(3)

【 0 0 1 0 】

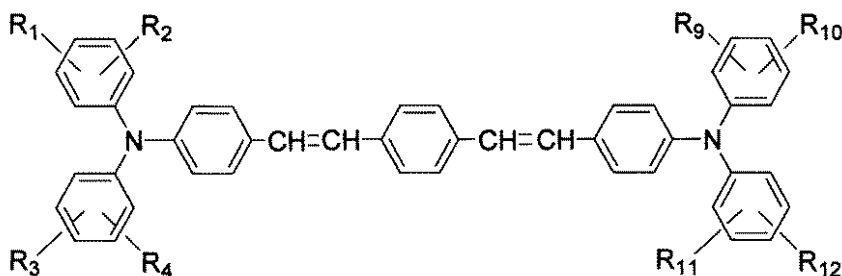
【化 4】



(4)

【 0 0 1 1 】

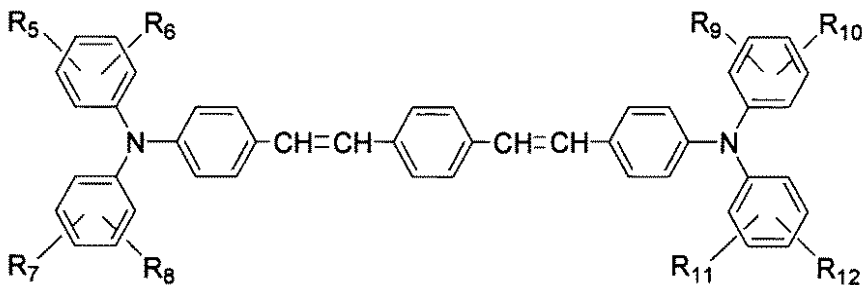
【化 5】



(5)

【 0 0 1 2 】

【化 6】



(6)

(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 、 R_6 、 R_7 、 R_8 、 R_9 、 R_{10} 、 R_{11} および R_{12} はそれぞれ独立して水素原子、アルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、ハロゲン原子、二置換アミノ基、置換もしくは無置換のフェニル基を表わし、 R_1 と R_2 、 R_3 と R_4 、 R_5 と R_6 、 R_7 と R_8 、 R_9 と R_{10} 、 R_{11} と R_{12} は共同で環を形成してもよい。但し、置換基群 R_5 、 R_6 、 R_7 および R_8 と置換基群 R_9 、 R_{10} 、 R_{11} および R_{12} と置換基群 R_1 、 R_2 、 R_3 および R_4 は置換基または置換位置が少なくとも1つ異なっているものとする。)、

(2)「前記ジスチリルベンゼン化合物混合物は、前記一般式(4)～(6)で表わされる化合物のうち、最も多く含む非対称型ジスチリルベンゼン化合物の含有率が1～50質量%であることを特徴とする前記第(1)項に記載の電子写真感光体」、

(3)「導電性支持体上に少なくとも感光層を設けた電子写真感光体であって、該感光層

10

20

30

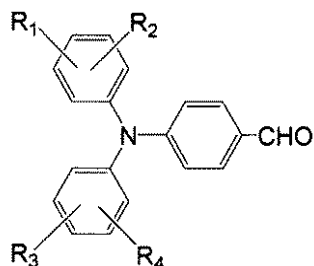
40

50

に下記一般式（７）、一般式（８）で表わされる２種類のジフェニルアミノベンズアルデヒド化合物と p - キシレン - α , α' - ジイルジホスホン酸テトラエチルとの一段階の反応によって合成されるジスチリルベンゼン化合物混合物を含有することを特徴とする電子写真感光体」；

【 0 0 1 3 】

【 化 7 】

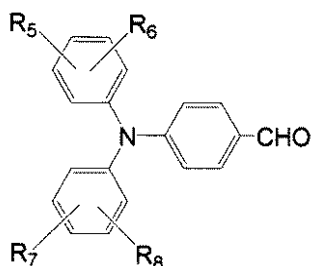


(7)

10

【 0 0 1 4 】

【 化 8 】



(8)

20

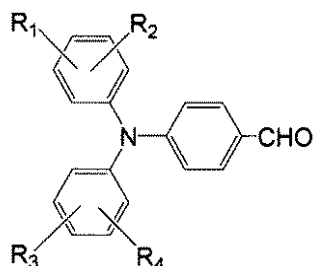
（式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 、 R_6 、 R_7 、 R_8 はそれぞれ独立して水素原子、アルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、ハロゲン原子、二置換アミノ基、置換もしくは無置換のフェニル基を表わし、 R_1 と R_2 、 R_3 と R_4 、 R_5 と R_6 、 R_7 と R_8 は共同で環を形成してもよい。但し、置換基群 R_5 、 R_6 、 R_7 および R_8 と置換基群 R_1 、 R_2 、 R_3 および R_4 は置換基または置換位置が少なくとも１つ異なっているものとする。）」、

30

（４）「導電性支持体上に少なくとも感光層を設けた電子写真感光体であって、該感光層に下記一般式（７）、一般式（８）で表わされる２種類のジフェニルアミノベンズアルデヒド化合物と p - キシレン - α , α' - ジイルジホスホン酸テトラエチルとの一段階の反応によって合成される下記一般式（１）、一般式（２）で表わされる２種類の対称型ジスチリルベンゼン化合物と、下記一般式（４）で表わされる１種類の非対称型ジスチリルベンゼン化合物とを含むジスチリルベンゼン化合物混合物を含有することを特徴とする電子写真感光体」；

【 0 0 1 5 】

【 化 9 】

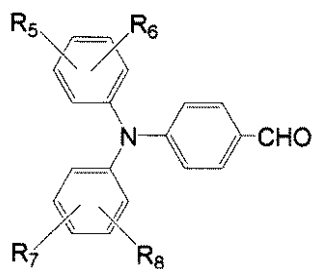


(7)

40

【 0 0 1 6 】

【化 1 0】

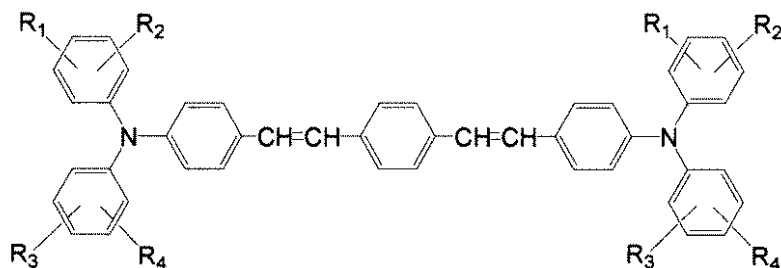


(8)

【 0 0 1 7】

10

【化 1 1】

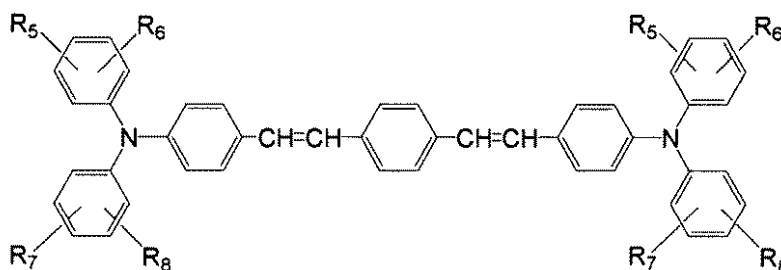


(1)

【 0 0 1 8】

20

【化 1 2】

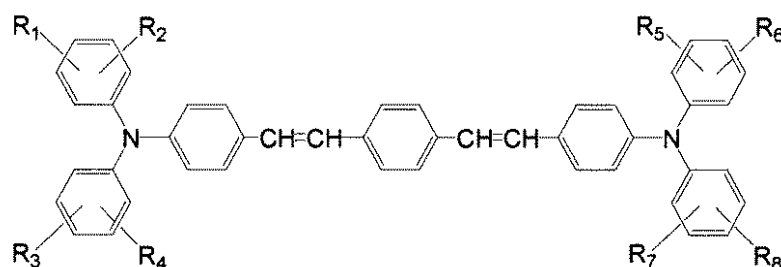


(2)

【 0 0 1 9】

30

【化 1 3】



(4)

(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 、 R_6 、 R_7 、 R_8 はそれぞれ独立して水素原子、アルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、ハロゲン原子、二置換アミノ基、置換もしくは無置換のフェニル基を表わし、 R_1 と R_2 、 R_3 と R_4 、 R_5 と R_6 、 R_7 と R_8 は共同で環を形成してもよい。但し、置換基群 R_5 、 R_6 、 R_7 および R_8 と置換基群 R_1 、 R_2 、 R_3 および R_4 は置換基または置換位置が少なくとも1つ異なっているものとする。)

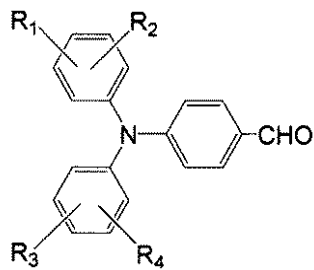
40

(5) 「導電性支持体上に少なくとも感光層を設けた電子写真感光体において、該感光層に下記一般式(7)、一般式(8)および一般式(9)で表わされる3種類のジフェニルアミノベンズアルデヒド化合物とp-キシレン- α 、 α' -ジイルジホスホン酸テトラエチルとの一段階の反応によって合成されるジスチリルベンゼン化合物混合物を含有することを特徴とする電子写真感光体；

50

【 0 0 2 0 】

【 化 1 4 】

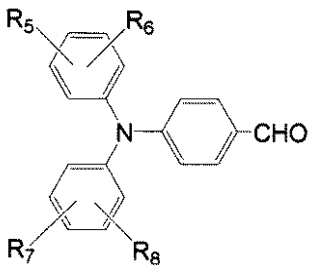


(7)

10

【 0 0 2 1 】

【 化 1 5 】

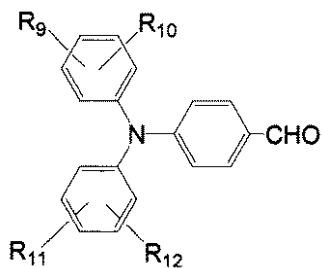


(8)

20

【 0 0 2 2 】

【 化 1 6 】



(9)

30

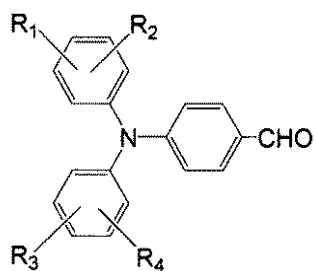
(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 、 R_6 、 R_7 、 R_8 、 R_9 、 R_{10} 、 R_{11} および R_{12} はそれぞれ独立して水素原子、アルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、ハロゲン原子、二置換アミノ基、置換もしくは無置換のフェニル基を表わし、 R_1 と R_2 、 R_3 と R_4 、 R_5 と R_6 、 R_7 と R_8 、 R_9 と R_{10} 、 R_{11} と R_{12} は共同で環を形成してもよい。但し、置換基群 R_5 、 R_6 、 R_7 および R_8 と置換基群 R_9 、 R_{10} 、 R_{11} および R_{12} と置換基群 R_1 、 R_2 、 R_3 および R_4 は置換基または置換位置が少なくとも1つ異なっているものとする。) 、

(6) 「導電性支持体上に少なくとも感光層を設けた電子写真感光体において、該感光層に下記一般式 (7)、一般式 (8) および一般式 (9) で表わされる3種類のジフェニルアミノベンズアルデヒド化合物と p - キシレン - α , α' - ジイルジホスホン酸テトラエチルとの一段階の反応によって合成される下記一般式 (1)、一般式 (2) および一般式 (3) で表わされる3種類の対称型ジスチリルベンゼン化合物と、下記一般式 (4)、一般式 (5) および一般式 (6) で表わされる3種類の非対称型ジスチリルベンゼン化合物とを含むジスチリルベンゼン化合物混合物を含有することを特徴とする電子写真感光体 ;

40

【 0 0 2 3 】

【化 1 7】

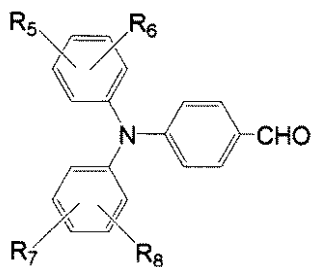


(7)

【 0 0 2 4 】

10

【化 1 8】

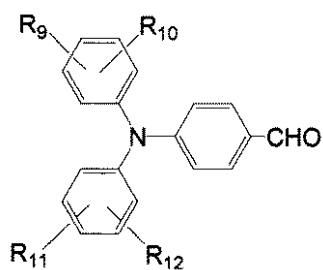


(8)

【 0 0 2 5 】

20

【化 1 9】

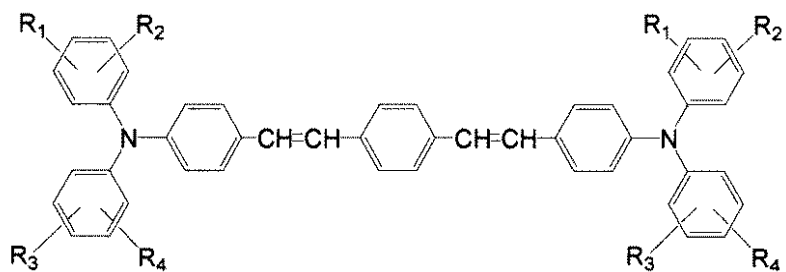


(9)

【 0 0 2 6 】

30

【化 2 0】

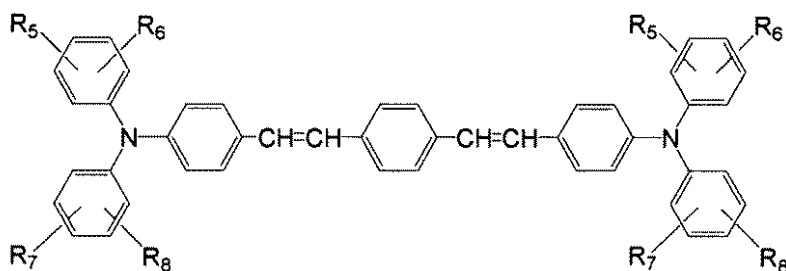


(1)

【 0 0 2 7 】

40

【化 2 1】

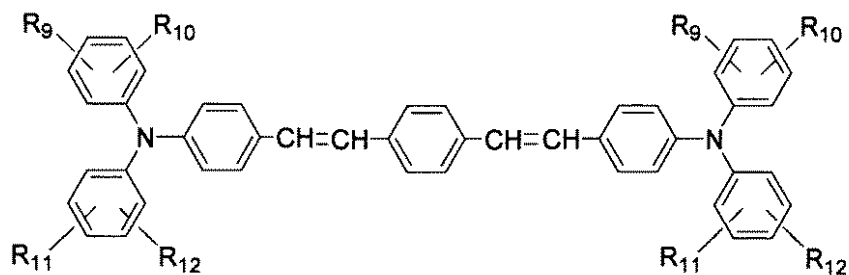


(2)

【 0 0 2 8 】

50

【化 2 2】

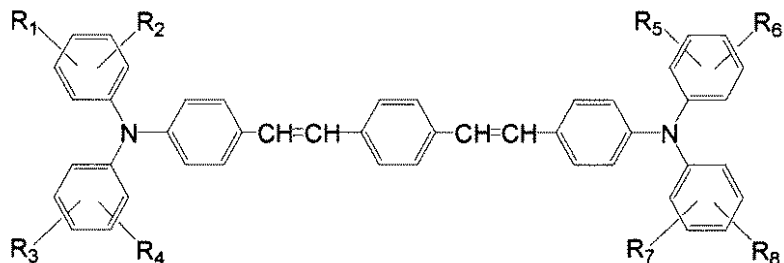


(3)

【 0 0 2 9】

10

【化 2 3】

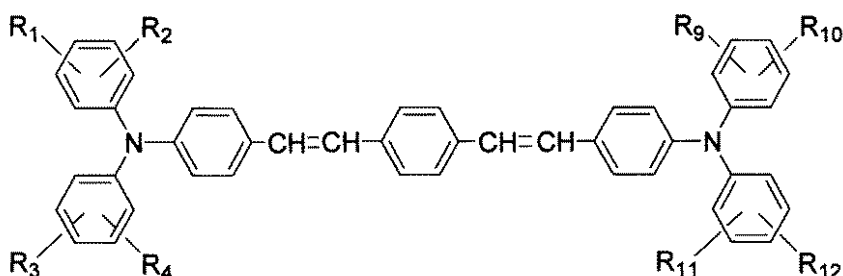


(4)

【 0 0 3 0】

20

【化 2 4】

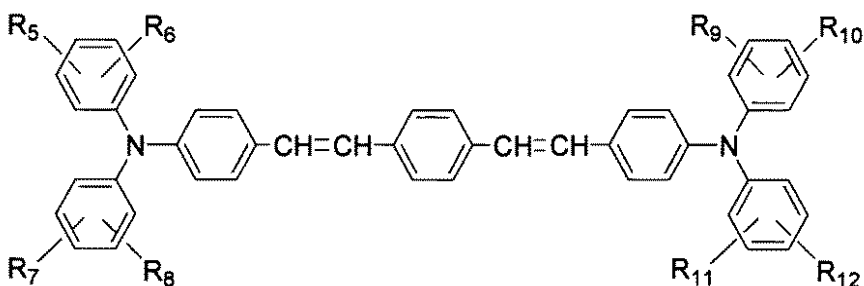


(5)

【 0 0 3 1】

30

【化 2 5】



(6)

(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 、 R_6 、 R_7 、 R_8 、 R_9 、 R_{10} 、 R_{11} および R_{12} はそれぞれ独立して水素原子、アルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、ハロゲン原子、二置換アミノ基、置換もしくは無置換のフェニル基を表わし、 R_1 と R_2 、 R_3 と R_4 、 R_5 と R_6 、 R_7 と R_8 、 R_9 と R_{10} 、 R_{11} と R_{12} は共同で環を形成してもよい。但し、置換基群 R_5 、 R_6 、 R_7 および R_8 と置換基群 R_9 、 R_{10} 、 R_{11} および R_{12} と置換基群 R_1 、 R_2 、 R_3 および R_4 は置換基または置換位置が少なくとも1つ異なっているものとする。)、

40

(7)「前記第(1)項乃至第(6)項のいずれかに記載のジスチリルベンゼン化合物混合物を使用し、電子写真感光体のクラッキングを防止することを特徴とする方法」、

(8)「前記第(1)項乃至第(6)項のいずれかに記載のジスチリルベンゼン化合物混合物を使用し、有機溶剤に対する溶解性を向上させ、電子写真感光体のクラッキングを防

50

止することを特徴とする電子写真感光体のクラッキングを防止する方法」、

(9)「少なくとも帯電手段、露光手段、現像手段、転写手段、及び電子写真感光体を具備してなる画像形成装置において、該電子写真感光体が前記第(1)項乃至第(6)項のいずれかに記載の電子写真感光体であることを特徴とする画像形成装置」、

(10)「電子写真感光体と帯電手段、露光手段、現像手段、転写手段、及びクリーニング手段から選ばれる少なくとも1つの手段とが一体となったカートリッジを搭載し、かつ該カートリッジが装置本体に対し着脱自在であることを特徴とする前記第(9)項に記載の画像形成装置」、

(11)「電子写真感光体と帯電手段、露光手段、現像手段、転写手段、及びクリーニング手段から選ばれる少なくとも1つの手段とが一体となったカートリッジにおいて、該電子写真感光体が前記第(1)項乃至第(6)項のいずれかに記載の電子写真感光体であることを特徴とする画像形成装置用プロセスカートリッジ」。

【発明の効果】

【0032】

本発明のジスチリルベンゼン化合物混合物によれば、有機溶剤に対する溶解性が向上し、電子写真感光体のクラッキング現象が改善され、ドリフト移動度に優れ、高感度、高耐久性を有する電子写真感光体を提供することができる。

本発明のジスチリルベンゼン化合物混合物の有機溶剤に対する溶解性が向上した理由として、混合物が類似構造の化合物の混合物であることが挙げられる。また、この混合物は、嵩高いフェニルアミノ基の構造が異なり立体障害を有するため、分散性に優れ、良好な電荷輸送能をも発現する。

ジスチリルベンゼン化合物混合物を一段階の反応で合成すると、類似構造の化合物の混合物を晶析で得られる。この混晶は、フェニルアミノ基の構造が異なるジスチリルベンゼン化合物がランダムに存在するため、立体障害により、分子レベルでの隙間が多くなるため、さらに溶解性が向上すると考えられる。また、本発明のジスチリルベンゼン化合物混合物は、有機溶剤に対する溶解性が良好であるために樹脂中で均一に分散し、応力の偏りが減少し、クラッキングが発生し難くなると共に、良好な電荷輸送能を発現するものと考えられる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0033】

先ず、図面に沿って本発明のジスチリルベンゼン化合物混合物を用いる電子写真感光体をより詳細に説明する。

【0034】

<電子写真感光体の層構成について>

本発明における電子写真感光体の層構成は、単層であってもあるいは複数積層された構成であってもよく、層構成に限定されない。例えば、以下に示す層構成が挙げられる。図6は、導電性支持体上に感光層が形成された電子写真感光体である。また、図8のように感光層と導電性支持体との間に下引き層を設けても良い。図7は、導電性支持体上に電荷発生層と電荷輸送層を順次積層した電子写真感光体である。また、図9のように電荷発生層と導電性支持体との間に下引き層を設けても良い。なお、これらの層構成は代表的なものを示したものであって、本発明はこれらの層構成に限定されるものではない。

【0035】

<導電性支持体について>

導電性支持体としては、体積抵抗 $10^{10}\Omega\cdot\text{cm}$ 以下の導電性を示すものが挙げられ、例えば、アルミニウム、ニッケル、クロム、ニクロム、銅、金、銀、白金等の金属、酸化スズ、酸化インジウム等の金属酸化物を、蒸着又はスパッタリングにより、フィルム状又は円筒状のプラスチック、紙に被覆したもの；アルミニウム、アルミニウム合金、ニッケル、ステンレス等の板及びそれらを、押し出し、引き抜き等の工法で素管化後、切削、超仕上げ、研磨等の表面処理した管等を使用することができる。また、特開昭52-36016号公報に開示されたエンドレスニッケルベルト、エンドレスステンレスベルトも導

10

20

30

40

50

電性支持体として用いることができる。

【0036】

さらに、上記の導電性支持体上に導電性粉体をバインダー樹脂に分散させて導電性層を形成（塗工などを用いて形成）したのも、導電性支持体として用いることができる。このような導電性粉体としては、カーボンブラック、アセチレンブラック；アルミニウム、ニッケル、鉄、ニクロム、銅、亜鉛、銀等の金属粉、導電性酸化スズ、ITO等の金属酸化物粉体等が挙げられる。また、同時に用いられるバインダー樹脂としては、ポリスチレン、スチレン-アクリロニトリル共重合体、スチレン-ブタジエン共重合体、スチレン-無水マレイン酸共重合体、ポリエステル、ポリ塩化ビニル、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、ポリ酢酸ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ポリアリレート、フェノキシ樹脂、ポリカーボネート、酢酸セルロース樹脂、エチルセルロース樹脂、ポリビニルブチラール、ポリビニルホルマール、ポリビニルトルエン、ポリ(N-ビニルカルバゾール)、アクリル樹脂、シリコーン樹脂、エポキシ樹脂、メラミン樹脂、ウレタン樹脂、フェノール樹脂、アルキッド樹脂等の熱可塑性、熱硬化性樹脂、光硬化性樹脂が挙げられる。導電性層は、導電性粉体とバインダー樹脂を、テトラヒドロフラン、ジクロロメタン、メチルエチルケトン、トルエン等の溶剤に分散させて塗布することにより設けることができる。さらに、ポリ塩化ビニル、ポリプロピレン、ポリエステル、ポリスチレン、ポリ塩化ビニリデン、ポリエチレン、塩化ゴム、ポリテトラフルオロエチレン系フッ素樹脂等の素材に導電性粉体を含有させた熱収縮チューブを用いて、円筒基体上に導電性層を設けたものも、導電性支持体として用いることができる。

10

20

【0037】

また、これらの中でも陽極酸化皮膜処理を簡便に行うことのできるアルミニウムからなる円筒状支持体が良好に使用可能である。このアルミニウムとは、純アルミニウム系あるいはアルミニウム合金のいずれかをも含むものである。具体的には、JIS 1000番台、3000番台、6000番台のアルミニウムあるいはアルミニウム合金が最も適している。陽極酸化皮膜は、各種金属、各種合金を電解質溶液中において陽極酸化処理したものであるが、中でもアルミニウムもしくはアルミニウム合金を電解質溶液中で陽極酸化処理を行ったアルマイトと呼ばれる被膜は、残留電位上昇が少なく、また反転現象を用いた際に発生する地汚れの防止効果が高く有効である。

【0038】

陽極酸化処理は、クロム酸、硫酸、蔞酸、リン酸、硼酸、スルファミン酸などの酸性浴中において行なわれる。このうち、硫酸浴による処理が最も適している。一例を挙げると、硫酸濃度：10～20%、浴温：5～25℃、電流密度：1～4 A/dm²、電解電圧：5～30 V、処理時間：5～60分程度の範囲で処理が行なわれるが、これに限定するものではない。このように作製される陽極酸化皮膜は多孔質であり、また絶縁性が高いため、表面が非常に不安定な状況である。このため、作製後の経時変化が存在し、陽極酸化皮膜の物性値が変化しやすい。これを回避するため、陽極酸化皮膜を更に封孔処理することが好ましい。封孔処理には、フッ化ニッケルや酢酸ニッケルを含有する水溶液に陽極酸化皮膜を浸漬する方法、陽極酸化皮膜を沸騰水に浸漬する方法、加圧水蒸気により処理する方法などがある。このうち、酢酸ニッケルを含有する水溶液に浸漬する方法が最も好ましい。封孔処理に引き続き、陽極酸化皮膜の洗浄処理が行われる。これは、封孔処理により付着した金属塩等の過剰なものを除去することが主な目的である。これが支持体（陽極酸化皮膜）表面に過剰に残存すると、この上に形成する塗膜の品質に悪影響を与えるだけでなく、一般的に低抵抗成分が残ってしまうため、逆に地汚れの発生原因にもなってしまう。洗浄は純水1回の洗浄でも構わないが、通常は多段階の洗浄を行なう。この際、最終の洗浄液が可能な限りきれいな（脱イオンされた）ものであることが好ましい。また、多段階の洗浄工程のうち1工程に接触部材による物理的なこすり洗浄を施すことが好ましい。以上のようにして形成される陽極酸化皮膜の膜厚は、5～15 μm程度が好ましい。これより薄すぎる場合には陽極酸化皮膜としてのバリア性の効果が充分でなく、これより厚すぎる場合には電極としての時定数が大きくなりすぎて、残留電位の発生や感光体のレス

30

40

50

ポンスが低下する場合がある。

【0039】

<下引き層について>

本発明の電子写真感光体においては、導電性支持体と感光層との間に下引き層を設けることができる。これら下引き層は一般には樹脂を主成分とするが、これらの樹脂はその上に感光層を溶剤で塗布することを考えると、一般の有機溶剤に対して耐溶剤性の高い樹脂であるものを使用することが望ましい。このような樹脂としては、ポリビニルアルコール、カゼイン、ポリアクリル酸ナトリウム等の水溶性樹脂、共重合ポリアミド（共重合ナイロン）、メトキシメチル化ポリアミド（ナイロン）等のアルコール可溶性樹脂、ポリウレタン、メラミン樹脂、フェノール樹脂、アルキッド-メラミン樹脂、イソシアネート、エポキシ樹脂等、三次元網目構造を形成する硬化型樹脂等が挙げられる。

10

【0040】

また、下引き層にはモアレ防止、残留電位の低減等のために金属酸化物を含有させることも可能であり有効である。モアレとは、レーザー光のようなコヒーレント光による書き込みを行う際に感光層内部での光干渉によってモアレと呼ばれる干渉縞が画像に形成される画像欠陥の一種である。基本的に、入射されたレーザー光をこの下引き層によって光散乱させることによりモアレ発生を防止するため、屈折率の大きな材料を含有させる必要がある。モアレを防止する上では、バインダー樹脂に無機顔料を分散させた構成が最も有効である。使用される無機顔料としては、白色の顔料が有効に使用され、金属酸化物、例えば、酸化チタン、酸化亜鉛、フッ化カルシウム、酸化カルシウム、酸化珪素、酸化マグネシウム、酸化アルミニウム、酸化錫、酸化ジルコニウム、酸化インジウム等挙げられる。

20

【0041】

また、下引き層には、電子写真感光体表面に帯電される電荷と同極性の電荷を、感光層から導電性支持体側へ移動できる機能を有することが残留電位の低減上好ましく、上記無機顔料はその役割をも果たしている。例えば、負帯電型の電子写真感光体の場合、下引き層は電子伝導性を有することによって残留電位を低減できる。これらの無機顔料としては、前述の金属酸化物が有効に用いられるが、抵抗の低い無機顔料を用いたり、バインダー樹脂に対する無機顔料の添加比率を増加させたりすることによって残留電位を低減させる効果が高くなる反面、地汚れ抑制効果が低下する恐れもある。従って、感光体における下引き層の層構成や膜厚によってそれらを使い分けたり、添加量を調整したりすることによって、地汚れ抑制と残留電位低減の両立を図ることが必要である。

30

【0042】

これらの下引き層は、バインダー樹脂、無機顔料（金属酸化物）を主成分とし、溶剤を含めた状態で湿式分散を行って塗工分散液を得ることができる。使用される溶剤は、アセトン、メチルエチルケトン、メタノール、エタノール、ブタノール、シクロヘキサノン、ジオキサン等、及びこれらの混合溶剤が挙げられる。無機顔料は、溶剤及びバインダー樹脂と共に従来公知の方法、例えばボールミル、サンドミル、アトライラー等により分散することにより塗工液を得ることができる。バインダー樹脂は分散前に添加しても分散後に樹脂溶液として添加しても良い。また、必要に応じて硬化（架橋）に必要な薬剤、添加剤、硬化促進剤等や無機顔料の分散性を高める目的で分散剤を加えることも可能である。これらの塗工液を用い、従来公知の方法、例えば浸漬塗工法、スプレーコート、リングコート、ビートコート、ノズルコート法などを用いて導電性基体上に形成される。塗布後は乾燥や加熱、必要に応じて光照射等の硬化処理により乾燥あるいは硬化させることにより作製できる。下引き層の膜厚は含有させる無機顔料の種類によって異なるが、0～20 μmが好ましく、2～10 μmがより好ましい。

40

【0043】

また、導電性支持体と下引き層の間もしくは下引き層と電荷発生層との間にさらに中間層を設けることも可能である。中間層は、導電性支持体からのホールの注入を抑制するために加えられるもので、主目的は地汚れの抑制にある。中間層には、一般にバインダー樹脂を主成分として用いる。これら樹脂としては、ポリアミド、アルコール可溶性ポリアミ

50

ド（可溶性ナイロン）、水溶性ポリビニルブチラール、ポリビニルブチラール、ポリビニルアルコール等が挙げられる。中間層の形成法としては、前記した方法、さらに公知の塗布法が採用される。なお、中間層の厚さは、 $0.05 \sim 2 \mu\text{m}$ が適当である。中間層と下引き層の２層構成とすることにより、地汚れ抑制効果は飛躍的に高まるが、残留電位上昇の影響が増加する傾向にある。そのため、中間層及び下引き層の組成や膜厚を十分考慮して決める必要がある。

【0044】

<感光層について>

次に、感光層について説明する。

感光層は、単層もしくは複数の積層でもよいが、はじめに積層型から説明する。積層型感光層は、少なくとも電荷発生層及び電荷輸送層が積層されることによって構成されている。

10

【0045】

<電荷発生層について>

電荷発生層は、電荷発生剤を主成分とする層である。電荷発生層には、公知の電荷発生剤を用いることが可能である。例えば、モノアゾ顔料、ジスアゾ顔料、非対称ジスアゾ顔料、トリスアゾ顔料、カルバゾール骨格を有するアゾ顔料（特開昭53-95033号公報に記載）、ジスチリルベンゼン骨格を有するアゾ顔料（特開昭53-133445号公報）、トリフェニルアミン骨格を有するアゾ顔料（特開昭53-132347号公報に記載）、ジフェニルアミン骨格を有するアゾ顔料、ジベンゾチオフェン骨格を有するアゾ顔料（特開昭54-21728号公報に記載）、フルオレノン骨格を有するアゾ顔料（特開昭54-22834号公報に記載）、オキサジアゾール骨格を有するアゾ顔料（特開昭54-12742号公報に記載）、ビスチルベン骨格を有するアゾ顔料（特開昭54-17733号公報に記載）、ジスチリルオキサジアゾール骨格を有するアゾ顔料（特開昭54-2129号公報に記載）、ジスチリルカルバゾール骨格を有するアゾ顔料（特開昭54-14967号公報に記載）等のアゾ系顔料、アズレニウム塩顔料、スクエアリック酸メチン顔料、ペリレン系顔料、アントラキノン系または多環キノ系顔料、キノイミン系顔料、ジフェニルメタン及びトリフェニルメタン系顔料、ベンゾキノ及びナフトキノ系顔料、シアニン及びアゾメチン系顔料、インジゴイド系顔料、ビスベンズイミダゾール系顔料、また、下記式で表わされる金属フタロシアニン、無金属フタロシアニン等のフタロシアニン系顔料等が挙げられる。なお、これらの電荷発生剤は、単独で用いても2種以上混合して用いてもよい。

20

30

【0046】

電荷発生層に必要な応じて用いられる結着樹脂としては、ポリアミド、ポリウレタン、エポキシ樹脂、ポリケトン、ポリカーボネート、シリコーン樹脂、アクリル樹脂、ポリビニルブチラール、ポリビニルホルマール、ポリビニルケトン、ポリスチレン、ポリ-N-ビニルカルバゾール、ポリアクリルアミド、ポリビニルベンザール、ポリエステル、フェノキシ樹脂、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、ポリ酢酸ビニル、ポリフェニレンオキシド、ポリビニルピリジン、セルロース系樹脂、カゼイン、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン等が挙げられる。これらの結着樹脂は、単独または2種以上の混合物として用いることができる。

40

【0047】

また、用いられる溶剤としては、イソプロパノール、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン、テトラヒドロフラン、ジオキサン、エチルセルソルブ、酢酸エチル、酢酸メチル、ジクロロメタン、ジクロロエタン、モノクロロベンゼン、シクロヘキサン、トルエン、キシレン、リグロイン等の一般に用いられる有機溶剤が挙げられるが、中でも、ケトン系溶媒、エステル系溶媒、エーテル系溶媒を使用することが好ましい。これらは、単独で用いても2種以上混合して用いてもよい。

【0048】

電荷発生層は、電荷発生剤を必要に応じてバインダー樹脂と共に、ボールミル、アトラ

50

イター、サンドミル、超音波等の公知の分散方法を用いて溶剤中に分散して、塗工液を得ることができる。なお、バインダー樹脂の添加は、電荷発生剤の分散前及び分散後のどちらでも構わない。電荷発生層の塗工液は、電荷発生剤、溶媒及びバインダー樹脂を主成分とするが、その中には、増感剤、分散剤、界面活性剤、シリコンオイル等の添加剤が含まれていてもよい。場合によっては、電荷発生層に後述の電荷輸送剤を添加することも可能である。バインダー樹脂の添加量は、電荷発生剤 100 重量部に対して、通常、0 ~ 500 重量部であり、10 ~ 300 重量部が好ましい。

【0049】

電荷発生層は上記塗工液を用いて導電性支持体上あるいは下引き層等の上に塗工し、乾燥することにより形成される。塗工方法としては、浸漬塗工法、スプレーコート、ビードコート、ノズルコート、スピナーコート、リングコート等の公知の方法を用いることができる。電荷発生層の膜厚は、通常、0.01 ~ 5 μm 程度であり、0.1 ~ 2 μm が好ましい。また塗工後の乾燥はオープン等を用いて加熱乾燥される。電荷発生層の乾燥温度は、50 ~ 160 であることが好ましく、80 ~ 140 がさらに好ましい。

【0050】

< 電荷輸送層について >

電荷輸送層は、電荷輸送剤及びバインダー樹脂を主成分とする。以下、本発明で電荷輸送剤として使用されるジスチリルベンゼン化合物混合物について詳細に説明する。

【0051】

電荷輸送剤の中でも、請求項 1 乃至請求項 6 に記載のジスチリルベンゼン化合物混合物はドリフト移動度が高いため、高感度の電子写真感光体を作製することができる。さらに請求項 1 乃至請求項 6 に記載のジスチリルベンゼン化合物混合物は溶剤に対する溶解性に優れ、クラッキングの発生を抑制することができる。

【0052】

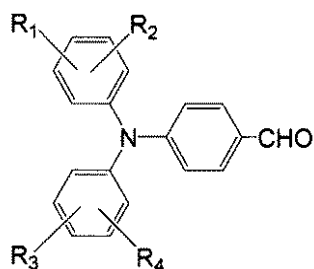
本発明の前記一般式(1)、一般式(2)および一般式(3)で表わされる3種類の対称型ジスチリルベンゼン化合物の内、2 ~ 3種類と、該化合物のそれぞれの置換基群を併せ持つ一般式(4)、一般式(5)および一般式(6)で表わされる非対称型ジスチリルベンゼン化合物の内、1 ~ 3種類からなるジスチリルベンゼン化合物混合物は、各々の化合物を合成し、混合することで作製することができる。

【0053】

また、本発明の前記一般式(1)、一般式(2)および一般式(3)で表わされる3種類の対称型ジスチリルベンゼン化合物のうち、2 ~ 3種類と、該化合物のそれぞれの置換基群を併せ持つ一般式(4)、一般式(5)および一般式(6)で表わされる非対称型ジスチリルベンゼン化合物のうち、1 ~ 3種類からなるジスチリルベンゼン化合物混合物は、下記一般式(7)、一般式(8)および一般式(9)で表わされる3種類のジフェニルアミノベンズアルデヒド化合物から選択される2種類または3種類と p - キシレン - α , α' - ジイルジホスホン酸テトラエチルとの一段階の反応によっても、3 ~ 6種類のジスチリルベンゼン化合物混合物を合成することができる。一段階の反応でジスチリルベンゼン化合物混合物を合成する方法は、嵩高いフェニルアミノ基の構造が異なる対称型ジスチリルベンゼンと非対称型ジスチリルベンゼンとが同時に合成されるため、分子同士が整列し難く、前記混合物の混晶は、分子レベルで隙間が多く存在し、各々の化合物を別々に合成して混合したものに比べ、より溶解性が向上する。また、一段階の反応であるため、個々の化合物を合成し、混合する方法より容易に合成可能である。

【0054】

【化 2 6】

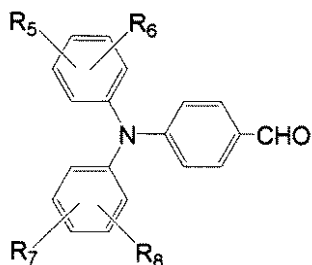


(7)

【 0 0 5 5】

10

【化 2 7】

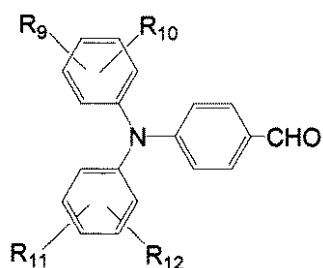


(8)

【 0 0 5 6】

20

【化 2 8】



(9)

【 0 0 5 7】

30

(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 、 R_5 、 R_6 、 R_7 、 R_8 、 R_9 、 R_{10} 、 R_{11} および R_{12} はそれぞれ独立して水素原子、アルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、ハロゲン原子、二置換アミノ基、置換もしくは無置換のフェニル基を表わし、 R_1 と R_2 、 R_3 と R_4 、 R_5 と R_6 、 R_7 と R_8 、 R_9 と R_{10} 、 R_{11} と R_{12} は共同で環を形成してもよい。但し、置換基群 R_5 、 R_6 、 R_7 および R_8 と置換基群 R_9 、 R_{10} 、 R_{11} および R_{12} と置換基群 R_1 、 R_2 、 R_3 および R_4 は置換基または置換位置が少なくとも1つ異なっているものとする。)

【 0 0 5 8】

フェニル基の置換基である R_1 と R_2 、 R_3 と R_4 、 R_5 と R_6 、 R_7 と R_8 、 R_9 と R_{10} 、 R_{11} と R_{12} が共同で環を形成した結果、フェニル基と共に構成される基としては、インデン、インダン、ナフタレン、テトラリン、ベンゾフラン、クロマン、インドール、インドリンなどが挙げられる。

40

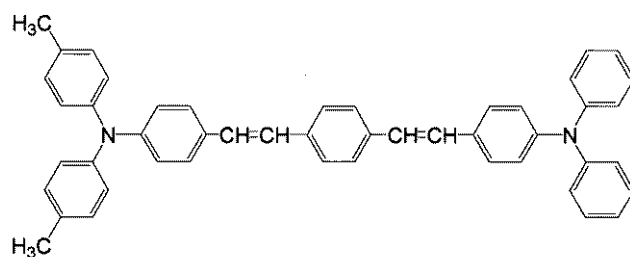
【 0 0 5 9】

前記一般式(4)、一般式(5)または一般式(6)で表わされる非対称型ジスチリルベンゼン化合物の具体的な例として、次のような化合物が挙げられる。なお、本発明においては、これらの化合物に限定されるものではない。

【 0 0 6 0】

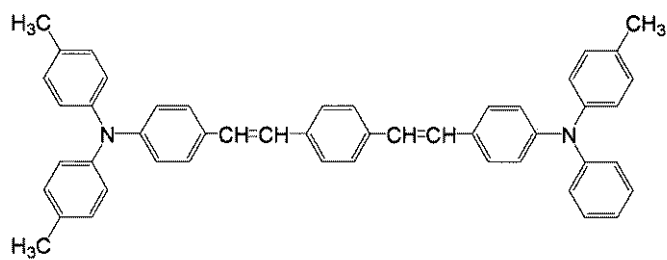
【化 2 9】

化合物 N o . 1



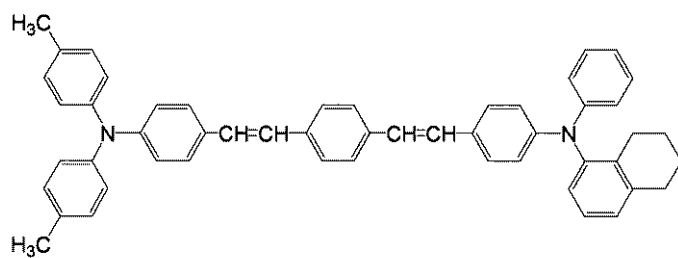
10

化合物 N o . 2



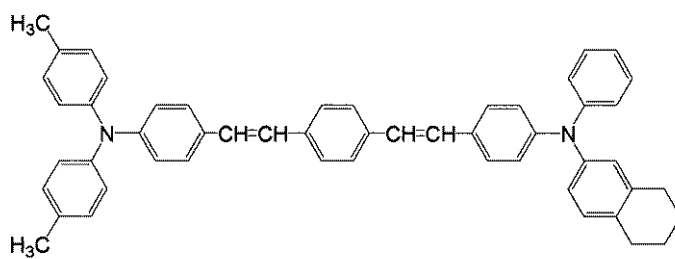
20

化合物 N o . 3



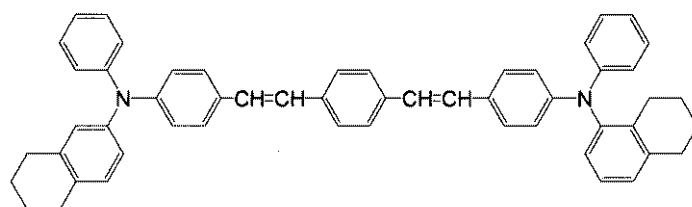
30

化合物 N o . 4



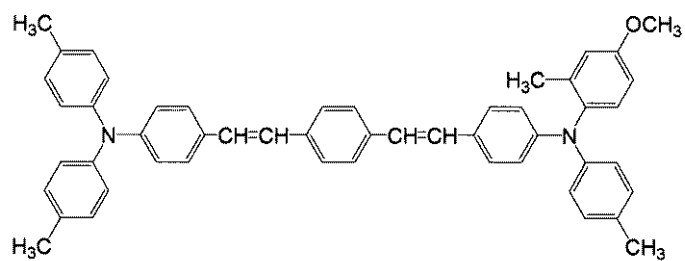
40

化合物 N o . 5



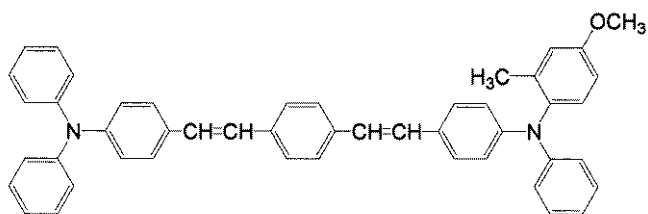
【化 3 0】

化合物 No. 6



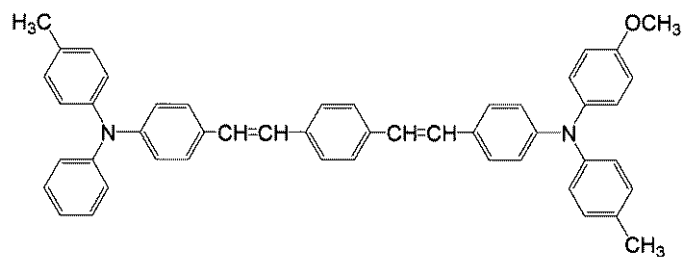
10

化合物 No. 7



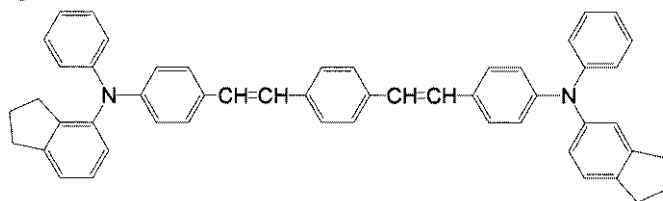
20

化合物 No. 8



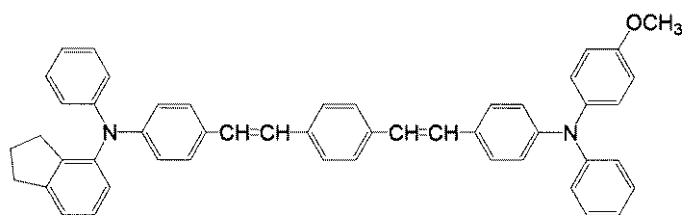
30

化合物 No. 9



40

化合物 No. 10



【 0 0 6 2】

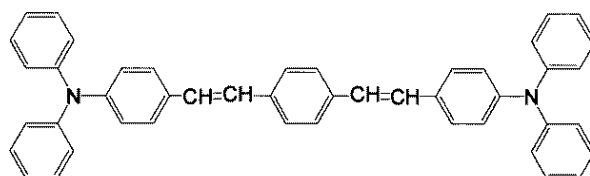
50

前記一般式（１）、一般式（２）または一般式（３）で表わされる対称型ジスチリルベンゼン化合物の具体的な例として、次のような化合物が挙げられる。なお、本発明においては、これらの化合物に限定されるものではない。

【 ０ ０ ６ ３ 】

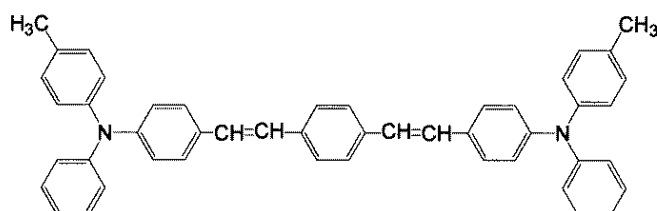
【化 3 1】

化合物 No. 11



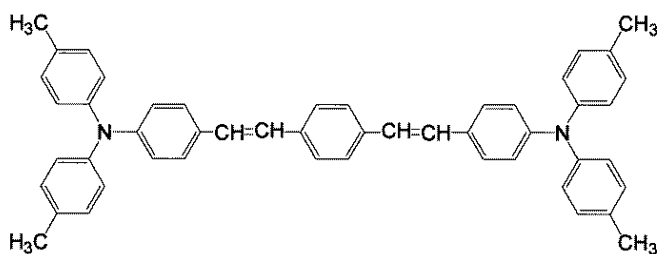
10

化合物 No. 12



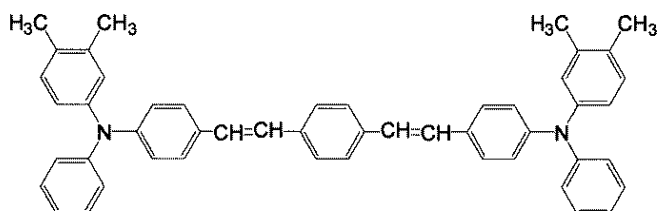
20

化合物 No. 13



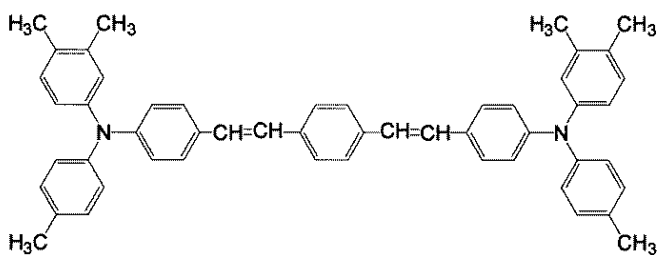
30

化合物 No. 14



40

化合物 No. 15

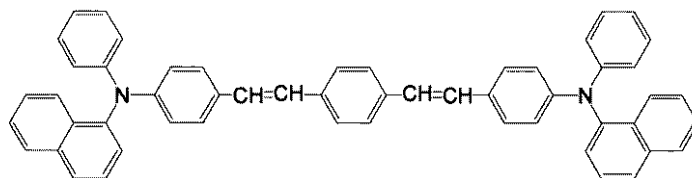


【 0 0 6 4 】

50

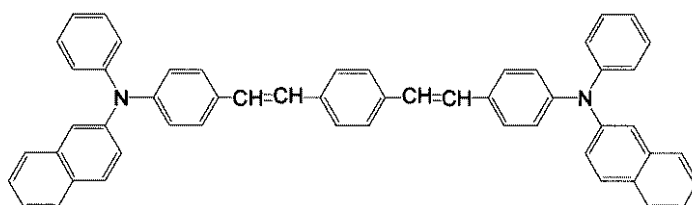
【化 3 2】

化合物 No. 16



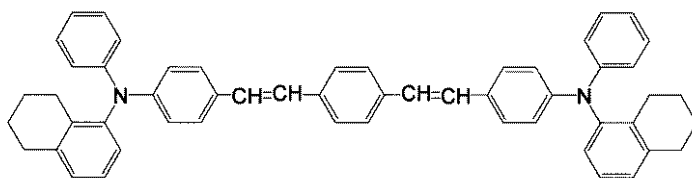
10

化合物 No. 17

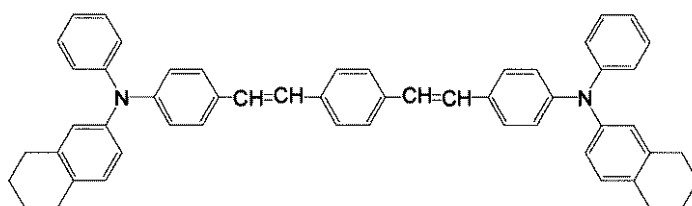


20

化合物 No. 18

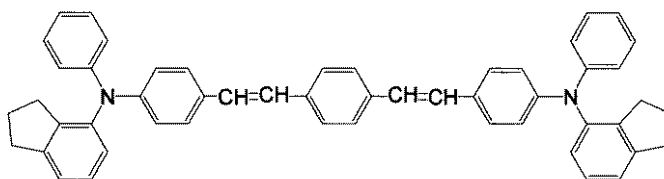


化合物 No. 19



30

化合物 No. 20

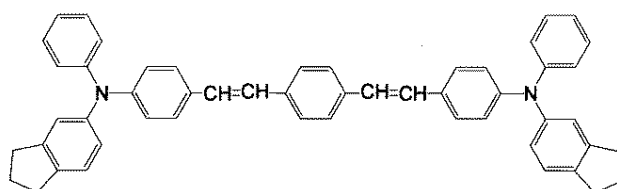


40

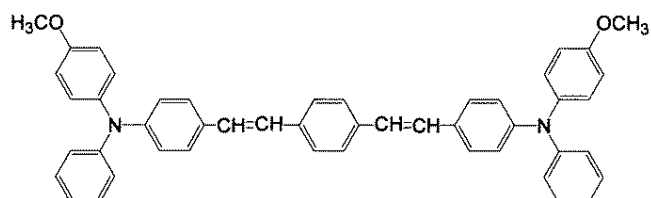
【 0 0 6 5 】

【化 3 3】

化合物 No. 2 1

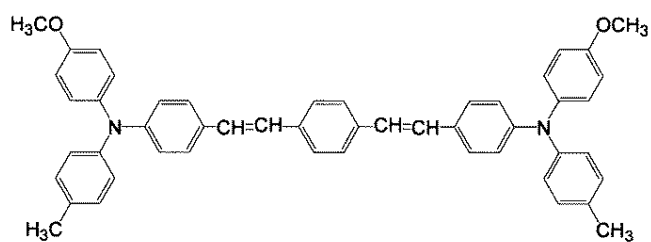


化合物 No. 2 2



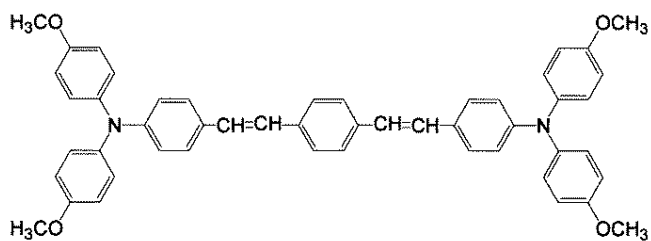
10

化合物 No. 2 3



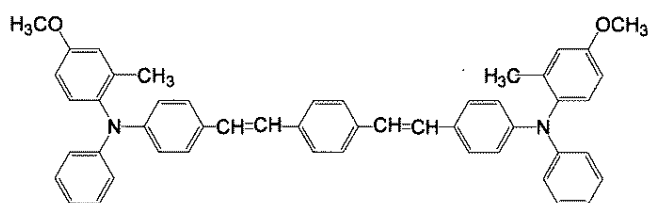
20

化合物 No. 2 4



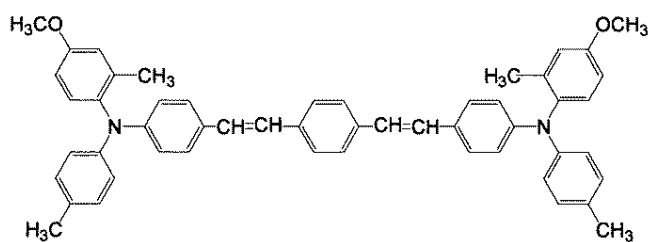
30

化合物 No. 2 5



40

化合物 No. 2 6



50

【0066】

一段階の反応で本発明のジスチリルベンゼン化合物混合物を合成する際、各々の反応速度が同じであると仮定した場合、ジスチリルベンゼン化合物混合物中の最大含有率を示す非対称型ジスチリルベンゼン化合物は最大で50質量%となる。実施例で示すように、一段階の反応で合成した非対称型ジスチリルベンゼン化合物の含有率は50%より小さい。これらの結果から、本発明のジスチリルベンゼン化合物混合物において、前記一般式(4)~(6)で表わされる非対称型ジスチリルベンゼン化合物のうち、最大含有率を示す化合物の含有率は0質量%より大きく、50質量%以下となると考えられる。本発明のジスチリルベンゼン化合物混合物において、前記一般式(4)~(6)で表わされる非対称型ジスチリルベンゼン化合物のうち、最大含有率を示す化合物の含有率は1質量%より多いことが望ましい。1質量%以下の場合、溶解性の悪い対称型ジスチリルベンゼンが多くなり、溶解性が悪化することがある。さらに望ましくは、溶解性の観点から前記一般式(4)~(6)で表わされる非対称型ジスチリルベンゼン化合物のうち、最大含有率を示す化合物の含有率が5質量%より多いジスチリルベンゼン化合物混合物である。

10

一段階ではなく、個々の化合物を混合してジスチリルベンゼン化合物混合物を作製することも可能であり、その際一般式(4)~(6)で表わされる非対称型ジスチリルベンゼン化合物のうち、最大含有率を示す化合物の含有率は50質量%を超えることができる。

しかしながら、一段階の一段階の反応で本発明のジスチリルベンゼン化合物混合物を合成する方が、非対称型ジスチリルベンゼン化合物と対称型ジスチリルベンゼン化合物とが高度に分散し、溶解性に優れる点、及び、コスト面から、有利である。

20

【0067】

また、本発明のジスチリルベンゼン化合物混合物において、前記一般式(1)~(3)で表わされる対称型ジスチリルベンゼン化合物のうち、最大含有率を示す化合物の含有率は25~95質量%であることが望ましい。

【0068】

本発明の電子写真感光体は、前記一般式(1)、一般式(2)および一般式(3)で表わされる3種類の対称型ジスチリルベンゼン化合物(但し、置換基群R5、R6、R7およびR8と置換基群R9、R10、R11およびR12と置換基群R1、R2、R3およびR4は置換基または置換位置が少なくとも1つ異なっているものとする。)の内、2~3種類と、該化合物のそれぞれの置換基群を併せ持つ一般式(4)、一般式(5)および一般式(6)で表わされる非対称型ジスチリルベンゼン化合物(但し、置換基群R5、R6、R7およびR8と置換基群R9、R10、R11およびR12と置換基群R1、R2、R3およびR4は置換基または置換位置が少なくとも1つ異なっているものとする。)のうち、1~3種類からなるジスチリルベンゼン化合物混合物を含有する。一段階の反応で本発明のジスチリルベンゼン化合物混合物を合成する場合、前記一般式(4)~(6)で表わされる非対称型ジスチリルベンゼン化合物のうち、最大含有率を示す化合物の含有率が0質量%より大きく、50質量%以下となると考えられる。非対称型ジスチリルベンゼン化合物が1質量%以下の場合、溶解性の悪い対称型ジスチリルベンゼンが多くなり、溶解性が悪化することがある。そのため、より好ましくは溶解性の観点から前記一般式(4)~(6)で表わされる非対称型ジスチリルベンゼン化合物のうち、最大含有率を示す化合物の含有率が5質量%より多いジスチリルベンゼン化合物混合物である。

30

40

【0069】

また、電荷輸送剤の含有量は、バインダー樹脂100重量部に対して、通常、20~300重量部であり、40~150重量部が好ましい。

【0070】

バインダー樹脂としては、ポリスチレン、スチレン-アクリロニトリル共重合体、スチレン-ブタジエン共重合体、スチレン-無水マレイン酸共重合体、ポリエステル、ポリ塩化ビニル、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、ポリ酢酸ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ポリアリレート、フェノキシ樹脂、ポリカーボネート、酢酸セルロース樹脂、エチルセルロ

50

ース樹脂、ポリビニルブチラール、ポリビニルホルマール、ポリビニルトルエン、ポリ(N-ビニルカルバゾール)、アクリル樹脂、シリコン樹脂、エポキシ樹脂、メラミン樹脂、ウレタン樹脂、フェノール樹脂、アルキッド樹脂等の熱可塑性又は熱硬化性樹脂が挙げられる。

また、バインダー樹脂として、電荷輸送機能を有する高分子電荷輸送剤、例えば、アリールアミン骨格やベンジジン骨格やヒドラゾン骨格やカルバゾール骨格やスチルベン骨格やピラゾリン骨格等を有するポリカーボネート、ポリエステル、ポリウレタン、ポリエーテル、ポリシロキサン、アクリル樹脂等の高分子材料やポリシラン骨格を有する高分子材料等を用いることも可能である。

【0071】

電荷輸送層の塗工液として用いられる溶剤は、テトラヒドロフラン、ジオキサン、ジオキソラン、トルエン、シクロヘキサノン、メチルエチルケトン、キシレン、アセトン、ジエチルエーテル、メチルエチルケトン等が用いられる。ジクロロメタン、ジクロロエタン、モノクロロベンゼン等のハロゲン系溶剤は電子写真感光体の特性上問題はないものの、地球環境への負荷を低減させる目的で使用しないことが望ましい。これらの中でも有効に用いられる溶剤としては、テトラヒドロフラン、ジオキサン等の環状エーテルやトルエン、キシレン等の芳香族系炭化水素が好ましく用いられる。これらは、単独で使用してもよく、また2種以上混合して使用してもよい。

【0072】

また、電荷輸送層の塗工液には、必要に応じて、単独又は2種以上の可塑剤、レベリング剤、酸化防止剤、滑剤等の添加剤を添加してもよい。可塑剤としては、ジブチルフタレート、ジオクチルフタレート等の可塑剤が使用可能であり、有効である。添加量としては、バインダー樹脂に対して0~30重量%が好ましく、1~10重量%がより好ましい。レベリング剤としては、ジメチルシリコンオイル、メチルフェニルシリコンオイル等のシリコンオイル類や側鎖にパーフルオロアルキル基を有するポリマー、オリゴマー等が使用され、その使用量はバインダー樹脂に対して0~1重量%が好ましく、0.01重量%~0.5重量%がより好ましい。また、酸化防止剤も有効に使用することができる。例えば、フェノール系化合物、パラフェニレンジアミン類、ハイドロキノン類、有機硫黄化合物類、有機燐化合物類、ヒンダードアミン類等の従来公知の材料が使用でき、繰り返し使用に対する静電特性の安定化に有効である。添加量としては、バインダー樹脂に対して0~10重量%が好ましく、0.1~2重量%がより好ましい。滑剤は表面の滑り性を高め、電子写真感光体表面の異物付着防止効果を得る目的で添加されることが多い。具体的には、シリコンオイル類、シリコン微粒子、フッ素樹脂微粒子、ワックス類等、従来公知の材料をそのまま使用することが可能である。添加量としては、バインダー樹脂に対して0~30重量%が好ましく、1~20重量%がより好ましい。

【0073】

電荷輸送層の塗工方法としては、浸漬塗工法、スプレーコート、ビードコート、ノズルコート、スピナーコート、リングコート等の公知の方法を用いることができる。塗工した後は指触乾燥後、オープン等で加熱乾燥させて製造される。電荷輸送層の乾燥温度は、電荷輸送層の塗工液に含有される溶剤の種類によって異なるが、80~150℃であることが好ましく、100~140℃がより好ましい。このようにして得られた電荷輸送層の膜厚は通常10~50μmで形成される。電子写真感光体の耐久性を考慮すると膜厚は厚い方が好ましい。一方で電荷輸送層の膜厚は解像度・応答性の点から、30μm以下とすることが好ましく、25μm以下がより好ましい。下限値に関しては、使用するシステム(特に帯電電位等)に異なるが、5μm以上が好ましい。

【0074】

<単層感光層について>

本発明においては、感光層が単層構成であっても使用可能である。感光層は、前述の電荷発生剤、電荷輸送剤、バインダー樹脂等を適当な溶剤に溶解ないし分散し、これを導電性支持体上あるいは下引き層上に塗工及び乾燥することによって形成される。電荷発生剤

10

20

30

40

50

及び電荷輸送剤（電子輸送剤及び正孔輸送剤）は、前述の電荷発生層及び電荷輸送層で挙げた材料を使用することが可能である。また、バインダー樹脂としては、前述の電荷輸送層で挙げた樹脂の他に、電荷発生層で挙げた樹脂を混合して用いてもよい。また、バインダー樹脂として前述の高分子電荷輸送剤も良好に使用できる。バインダー樹脂 100 重量部に対する電荷発生剤の量は 5 ~ 40 重量部が好ましく、さらに好ましくは 10 ~ 30 重量部であり、電荷輸送剤の量は 0 ~ 190 重量部が好ましく、さらに好ましくは 50 ~ 150 重量部である。感光層は、電荷発生剤、バインダー樹脂を電荷輸送剤とともにテトラヒドロフラン、ジオキサン、ジクロロエタン、シクロヘキサノン、トルエン、メチルエチルケトン、アセトン等の溶剤に溶解ないし分散し、これを浸漬塗工法やスプレーコート、ビードコート、リングコートなどで塗工して形成できる。また、必要により可塑剤やレベリング剤、酸化防止剤、滑剤等の各種添加剤を添加することもできる。感光層の膜厚は 5 ~ 25 μm 程度が適当である。

10

【0075】

本発明において、前述のように、耐環境性の改善のため、とりわけ、感度低下、残留電位上昇、帯電低下等を防止する目的で、電荷発生層、電荷輸送層、単層感光層、下引き層、中間層等の少なくとも 1 層に、酸化防止剤、可塑剤、滑剤、紫外線吸収剤及びレベリング剤を添加することが可能であり、有効である。これらの化合物の代表的な材料を以下に記す。

【0076】

各層に添加できる酸化防止剤として、例えば下記のもの挙げられるがこれらに限定されるものではない。

20

（a）フェノール系化合物

2, 6 - ジ - t - ブチル - p - クレゾール、ブチル化ヒドロキシアニソール、2, 6 - ジ - t - ブチル - 4 - エチルフェノール、n - オクタデシル - 3 - (4' - ヒドロキシ - 3', 5' - ジ - t - ブチルフェノール)、2, 2' - メチレン - ビス - (4 - メチル - 6 - t - ブチルフェノール)、2, 2' - メチレン - ビス - (4 - エチル - 6 - t - ブチルフェノール)、4, 4' - チオビス - (3 - メチル - 6 - t - ブチルフェノール)、4, 4' - ブチリデンビス - (3 - メチル - 6 - t - ブチルフェノール)、1, 1, 3 - トリス - (2 - メチル - 4 - ヒドロキシ - 5 - t - ブチルフェニル)ブタン、1, 3, 5 - トリメチル - 2, 4, 6 - トリス(3, 5 - ジ - t - ブチル - 4 - ヒドロキシベンジル)ベンゼン、テトラキス - [メチレン - 3 - (3', 5' - ジ - t - ブチル - 4' - ヒドロキシフェニル)プロピオネート]メタン、ビス[3, 3' - ビス(4' - ヒドロキシ - 3' - t - ブチルフェニル)ブチリックアッシド]クリコールエステル、トコフェロール類など。

30

（b）パラフェニレンジアミン類

N - フェニル - N' - イソプロピル - p - フェニレンジアミン、N, N' - ジ - sec - ブチル - p - フェニレンジアミン、N - フェニル - N - sec - ブチル - p - フェニレンジアミン、N, N' - ジ - イソプロピル - p - フェニレンジアミン、N, N' - ジメチル - N, N' - ジ - t - ブチル - p - フェニレンジアミンなど。

（c）ヒドロキノン類

2, 5 - ジ - t - オクチルヒドロキノン、2, 6 - ジドデシルヒドロキノン、2 - ドデシルヒドロキノン、2 - ドデシル - 5 - クロロヒドロキノン、2 - t - オクチル - 5 - メチルヒドロキノン、2 - (2 - オクタデセニル) - 5 - メチルヒドロキノンなど。

40

（d）有機硫黄化合物類

ジラウリル - 3, 3' - チオジプロピオネート、ジステアリル - 3, 3' - チオジプロピオネート、ジテトラデシル - 3, 3' - チオジプロピオネートなど。

（e）有機燐化合物類

トリフェニルホスフィン、トリ(ノニルフェニル)ホスフィン、トリ(ジノニルフェニル)ホスフィン、トリクレジルホスフィン、トリ(2, 4 - ジブチルフェノキシ)ホスフ

50

インなど。

【 0 0 7 7 】

各層に添加できる可塑剤として、例えば下記のもの挙げられるがこれらに限定されるものではない。

(a) リン酸エステル系可塑剤

リン酸トリフェニル、リン酸トリクレジル、リン酸トリオクチル、リン酸オクチルジフェニル、リン酸トリクロルエチル、リン酸クレジルジフェニル、リン酸トリブチル、リン酸トリ - 2 - エチルヘキシル、リン酸トリフェニルなど。

(b) フタル酸エステル系可塑剤

フタル酸ジメチル、フタル酸ジエチル、フタル酸ジイソブチル、フタル酸ジブチル、フタル酸ジヘブチル、フタル酸ジ - 2 - エチルヘキシル、フタル酸ジイソオクチル、フタル酸ジ - n - オクチル、フタル酸ジノニル、フタル酸ジイソノニル、フタル酸ジイソデシル、フタル酸ジウンデシル、フタル酸ジトリデシル、フタル酸ジシクロヘキシル、フタル酸ブチルベンジル、フタル酸ブチラウリル、フタル酸メチルオレイル、フタル酸オクチルデシル、フタル酸ジブチル、フタル酸ジオクチルなど。

(c) 芳香族カルボン酸エステル系可塑剤

トリメリット酸トリオクチル、トリメリット酸トリ - n - オクチル、オキシ安息香酸オクチルなど。

(d) 脂肪族二塩基酸エステル系可塑剤

アジピン酸ジブチル、アジピン酸ジ - n - ヘキシル、アジピン酸ジ - 2 - エチルヘキシル、アジピン酸ジ - n - オクチル、アジピン酸 - n - オクチル - n - デシル、アジピン酸ジイソデシル、アジピン酸ジカプリル、アゼライン酸ジ - 2 - エチルヘキシル、セバシン酸ジメチル、セバシン酸ジエチル、セバシン酸ジブチル、セバシン酸ジ - n - オクチル、セバシン酸ジ - 2 - エチルヘキシル、セバシン酸ジ - 2 - エトキシエチル、コハク酸ジオクチル、コハク酸ジイソデシル、テトラヒドロフタル酸ジオクチル、テトラヒドロフタル酸ジ - n - オクチルなど。

(e) 脂肪酸エステル誘導体

オレイン酸ブチル、グリセリンモノオレイン酸エステル、アセチルリシノール酸メチル、ペンタエリスリトールエステル、ジペンタエリスリトールヘキサエステル、トリアセチン、トリブチリンなど。

(f) オキシ酸エステル系可塑剤

アセチルリシノール酸メチル、アセチルリシノール酸ブチル、ブチルフタリルブチルグリコレート、アセチルクエン酸トリブチルなど。

(g) エポキシ可塑剤

エポキシ化大豆油、エポキシ化アマニ油、エポキシステアリン酸ブチル、エポキシステアリン酸デシル、エポキシステアリン酸オクチル、エポキシステアリン酸ベンジル、エポキシヘキサヒドロフタル酸ジオクチル、エポキシヘキサヒドロフタル酸ジデシルなど。

(h) 二価アルコールエステル系可塑剤

ジエチレングリコールジベンゾエート、トリエチレングリコールジ - 2 - エチルブチラートなど。

(i) 含塩素可塑剤

塩素化パラフィン、塩素化ジフェニル、塩素化脂肪酸メチル、メトキシ塩素化脂肪酸メチルなど。

(j) ポリエステル系可塑剤

ポリプロピレンアジベート、ポリプロピレンセバケート、ポリエステル、アセチル化ポリエステルなど。

(k) スルホン酸誘導体

p - トルエンスルホンアミド、o - トルエンスルホンアミド、p - トルエンスルホンエチルアミド、o - トルエンスルホンエチルアミド、トルエンスルホン - N - エチルアミド、p - トルエンスルホン - N - シクロヘキシルアミドなど。

10

20

30

40

50

(1) クエン酸誘導体

クエン酸トリエチル、アセチルクエン酸トリエチル、クエン酸トリブチル、アセチルクエン酸トリブチル、アセチルクエン酸トリ - 2 - エチルヘキシル、アセチルクエン酸 - n - オクチルデシルなど。

(m) その他

ターフェニル、部分水添ターフェニル、ショウノウ、2 - ニトロジフェニル、ジノニルナフタリン、アビエチン酸メチルなど。

【 0 0 7 8 】

各層に添加できる滑剤としては、例えば下記のもの挙げられるがこれらに限定されるものではない。

(a) 炭化水素系化合物

流動パラフィン、パラフィンワックス、マイクロワックス、低重合ポリエチレンなど。

(b) 脂肪酸系化合物

ラウリン酸、ミリスチン酸、パルチミン酸、ステアリン酸、アラキジン酸、ベヘン酸など。

(c) 脂肪酸アミド系化合物

ステアリルアミド、パルミチルアミド、オレインアミド、メチレンビスステアロアミド、エチレンビスステアロアミドなど。

(d) エステル系化合物

脂肪酸の低級アルコールエステル、脂肪酸の多価アルコールエステル、脂肪酸ポリグリコールエステルなど。

(e) アルコール系化合物

セチルアルコール、ステアリルアルコール、エチレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリグリセロールなど。

(f) 金属石けん

ステアリン酸鉛、ステアリン酸カドミウム、ステアリン酸バリウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸マグネシウムなど。

(g) 天然ワックス

カルナウバロウ、カンデリラロウ、蜜ロウ、鯨ロウ、イボタロウ、モンタンロウなど。

(h) その他

シリコン化合物、フッ素化合物など。

【 0 0 7 9 】

各層に添加できる紫外線吸収剤として、例えば下記のもの挙げられるがこれらに限定されるものではない。

(a) ベンゾフェノン系

2 - ヒドロキシベンゾフェノン、2 , 4 - ジヒドロキシベンゾフェノン、2 , 2 ' , 4 - トリヒドロキシベンゾフェノン、2 , 2 ' , 4 , 4 ' - テトラヒドロキシベンゾフェノン、2 , 2 ' - ジヒドロキシ 4 - メトキシベンゾフェノンなど。

(b) サルシレート系

フェニルサルシレート、2 , 4 ジ - t - ブチルフェニル 3 , 5 - ジ - t - ブチル 4 ヒドロキシベンゾエートなど。

(c) ベンゾトリアゾール系

(2 ' - ヒドロキシフェニル) ベンゾトリアゾール、(2 ' - ヒドロキシ 5 ' - メチルフェニル) ベンゾトリアゾール、(2 ' - ヒドロキシ 5 ' - メチルフェニル) ベンゾトリアゾール、(2 ' - ヒドロキシ 3 ' - ターシャリブチル 5 ' - メチルフェニル) 5 - クロロベンゾトリアゾールなど。

(d) シアノアクリレート系

エチル - 2 - シアノ - 3 , 3 - ジフェニルアクリレート、メチル 2 - カルボメトキシ 3 (パラメトキシ) アクリレートなど。

(e) クエンチャー (金属錯塩系)

10

20

30

40

50

ニッケル(2, 2'チオビス(4-t-オクチル)フェノレート)ノルマルブチルアミン、ニッケルジブチルジチオカルバメート、ニッケルジブチルジチオカルバメート、コバルトジシクロヘキシルジチオホスフェートなど。

(f)HALS(ヒンダードアミン)

ビス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)セバケート、ビス(1, 2, 2, 6, 6-ペンタメチル-4-ピペリジル)セバケート、1-[2-{3-(3, 5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオニルオキシ}エチル]-4-{3-(3, 5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオニルオキシ}-2, 2, 6, 6-テトラメチルピリジン、8-ベンジル-7, 7, 9, 9-テトラメチル-3-オクチル-1, 3, 8-トリアザスピロ[4, 5]ウンデカン-2, 4-ジオン、4-ベンゾイルオキシ-2, 2, 6, 6-テトラメチルピペリジンなど。

10

【0080】

<画像形成装置>

次に図面を用いて本発明の電子写真方法ならびに画像形成装置を詳しく説明する。図11は、本発明の電子写真プロセス及び画像形成装置を説明するための概略図であり、下記のような例も本発明の範疇に属するものである。感光体(21)はドラム状の形状を示しているが、シート状、エンドレスベルト状のものであっても良い。帯電チャージャ(23)、転写前チャージャ(26)、転写チャージャ(29)、分離チャージャ(30)、クリーニング前チャージャ(32)には、コロトロン、スコロトロン、固体帯電器(ソリッド・ステート・チャージャ)のほか、ローラ状の帯電部材あるいはブラシ状の帯電部材等が用いられ、公知の手段がすべて使用可能である。

20

【0081】

帯電部材は、コロナ帯電等の非接触帯電方式やローラあるいはブラシを用いた帯電部材による接触帯電方式が一般的であり、本発明においてはいずれも有効に使用することが可能である。特に、帯電ローラは、コロトロンやスコロトロン等に比べてオゾンの発生量を大幅に低減することが可能であり、感光体の繰り返し使用時における安定性や画質劣化防止に有効である。しかし、感光体と帯電ローラとが接触していることにより、繰り返し使用によって帯電ローラが汚染され、それが感光体に影響を及ぼし異常画像の発生や耐摩耗性の低下等を助長する原因となっていた。特に、耐摩耗性の高い感光体を用いる場合、表面の摩耗によるリフェイスがしにくいことから、帯電ローラの汚染を軽減させる必要があった。

30

【0082】

そこで、図12のごとく帯電ローラを感光体に対してギャップを介して、近接配置させることによって、汚染物質が帯電ローラに付着しにくく、あるいは除去しやすくなり、それらの影響を軽減することが可能である。この場合、感光体と帯電ローラとのギャップは小さい方が好ましく、100 μ m以下、より好ましくは50 μ m以下である。しかし、帯電ローラを非接触とすることによって、放電が不均一になり、感光体の帯電が不安定になる場合がある。直流成分に交流成分を重畳させることによって帯電の安定性を維持し、これによりオゾンの影響、帯電ローラの汚染の影響及び帯電性の影響を同時に軽減することが可能となる。

40

【0083】

画像露光部(24)、除電ランプ(22)等の光源には、蛍光灯、タングステンランプ、ハロゲンランプ、水銀灯、ナトリウム灯、発光ダイオード(LED)、半導体レーザー(LD)、エレクトロルミネッセンス(EL)などの発光物全般を用いることができる。これらの中でも半導体レーザー(LD)や発光ダイオード(LED)が主に用いられる。所望の波長域の光のみを照射するために、シャープカットフィルター、バンドパスフィルター、近赤外カットフィルター、ダイクロイックフィルター、干渉フィルター、色温度変換フィルターなどの各種フィルターを用いることもできる。

【0084】

光源等は、図11に示される工程の他に光照射を併用した転写工程、除電工程、クリー

50

ニング工程、あるいは前露光などの工程を設けることにより、感光体に光が照射される。但し、除電工程における感光体への露光は、感光体に与える疲労の影響が大きく、特に帯電低下や残留電位の上昇を引き起こす場合がある。従って、露光による除電ではなく、帯電工程やクリーニング工程において逆バイアスを印可することによっても除電することが可能な場合もあり、感光体の高耐久化の面から有効な場合がある。

【 0 0 8 5 】

電子写真感光体に正（負）帯電を施し、画像露光を行なうと、感光体表面上には正（負）の静電潜像が形成される。これを負（正）極性のトナー（検電微粒子）で現像すれば、ポジ画像が得られるし、また正（負）極性のトナーで現像すれば、ネガ画像が得られる。かかる現像手段には、公知の方法が適用されるし、また、除電手段にも公知の方法が用いられる。

10

【 0 0 8 6 】

転写手段には、一般に前述の帯電器を使用することができるが、図 1 1 に示されるように転写チャージャ（ 2 9 ）と分離チャージャ（ 3 0 ）を併用したものが効果的である。また、このような転写手段を用いて、感光体からトナー像を紙に直接転写されるが、本発明においては感光体上のトナー像を一度中間転写体に転写し、その後中間転写体から紙に転写する中間転写方式であることが感光体の高耐久化あるいは高画質化においてより好ましい。感光体表面に付着する汚染物質の中でも帯電によって生成する放電物質やトナー中に含まれる外添剤等は、湿度の影響を拾いやすく異常画像の原因となっているが、このような異常画像の原因物質には、紙粉もその一つであり、それらが感光体に付着することによって、異常画像が発生しやすくなるだけでなく、耐摩耗性を低下させたり、偏摩耗を引き起こしたりする傾向が見られる。従って、上記の理由により感光体と紙とが直接接触しない構成であることが高画質化の点からより好ましい。

20

【 0 0 8 7 】

また、中間転写方式は、フルカラー印刷が可能な画像形成装置に特に有効であり、複数のトナー像を一度中間転写体上に形成した後に紙に一度に転写することによって、色ズレの防止の制御もしやすく高画質化に対しても有効である。しかし、中間転写方式は、一枚のフルカラー画像を得るのに 4 回のスキャンが必要となるため、感光体の耐久性が大きな問題となっていた。本発明における感光体は、ドラムヒーターなしでも画像ボケが発生しにくいことから中間転写方式の画像形成装置に組み合わせて用いることが容易であり、特に有効かつ有用である。中間転写体には、ドラム状やベルト状など種々の材質あるいは形状のものがあるが、本発明においては従来公知である中間転写体のいずれも使用することが可能であり、感光体の高耐久化あるいは高画質化に対し有効かつ有用である。

30

【 0 0 8 8 】

現像ユニット（ 2 5 ）により感光体（ 2 1 ）上に現像されたトナーは、転写紙（ 2 8 ）に転写されるが、すべてが転写されるわけではなく、感光体（ 2 1 ）上に残存するトナーも生ずる。このようなトナーは、ファーブラシ（ 3 3 ）あるいはブレード（ 3 4 ）により、感光体より除去される。このクリーニング工程は、クリーニングブラシだけで行なわれたり、ブレードと併用して行なわれることもあり、クリーニングブラシにはファーブラシ、マグファーブラシを始めとする公知のものが用いられる。

40

【 0 0 8 9 】

クリーニングは、前述のとおり転写後に感光体上に残ったトナー等を除く工程であるが、上記のブレードあるいはブラシ等によって感光体が繰り返し擦られることにより、感光体の摩耗が促進されたり、傷が入ったりすることによって異常画像が発生することがある。また、クリーニング不良によって感光体の表面が汚染されたりすると異常画像の発生の原因となるだけでなく、感光体の寿命を大幅に低減させることにつながる。特に、耐摩耗性の向上のためにフィラーを含有させた層を最表面に形成された感光体の場合には、感光体表面に付着した汚染物質が除去されにくいことから、フィルミングや異常画像の発生を助長することになる。従って、感光体のクリーニング性を高めることは感光体の高耐久化及び高画質化に対し非常に有効である。

50

【 0 0 9 0 】

感光体のクリーニング性を高める手段としては、感光体表面の摩擦係数を低減させる方法が知られている。感光体表面の摩擦係数を低減させる方法としては、各種の潤滑性物質を感光体表面に含有させる方法と、外部より感光体表面に潤滑性物質を供給させる方法とに分類される。前者はエンジン廻りのレイアウトの自由度が高いため、小径感光体には有利であるが、繰り返し使用によって摩擦係数は顕著に増加するため、その持続性に課題が残されている。一方、後者は潤滑性物質を供給する部品を備える必要があるが、摩擦係数の安定性は高いことから感光体の高耐久化に対しては有効である。その中で、潤滑性物質を現像剤に含有させることによって現像時に感光体に付着させる方法は、エンジン廻りのレイアウトにも制約を受けずに、感光体表面の摩擦係数低減効果の持続性も高いため、感光体の高耐久化及び高画質化に対しては非常に有効な手段である。

10

【 0 0 9 1 】

これらの潤滑性物質としては、シリコンオイル、フッ素オイル等の潤滑性液体、P T F E、P F A、P V D F等の各種フッ素含有樹脂、シリコン樹脂、ポリオレフィン系樹脂、シリコングリース、フッ素グリース、パラフィンワックス、脂肪酸エステル類、ステアリン酸亜鉛等の脂肪酸金属塩、黒鉛、二硫化モリブデン等の潤滑性液体や固体、粉末等が挙げられるが、特に現像剤に混合させる場合には粉末状である必要があり、特にステアリン酸亜鉛は悪影響が少なく、極めて有効に使用することができる。ステアリン酸亜鉛粉末をトナーに含有させる場合には、それらのバランスやトナーに与える影響を考慮する必要があり、トナーに対して0.01～0.5重量%が好ましく、0.1～0.3重量%がより好ましい。

20

【 0 0 9 2 】

本発明の感光体は、複数色のトナーに対応した各々の現像部に対して、対応した複数の感光体を具備し、それによって並列処理を行なう、いわゆるタンデム方式の画像形成装置に極めて有効に使用される。上記タンデム方式の画像形成装置は、フルカラー印刷に必要とされるイエロー（Y）、マゼンタ（M）、シアン（C）、ブラック（K）の少なくとも4色のトナー及びそれらを保持する現像部を配置し、さらにそれらに対応した少なくとも4本の感光体を具備することによって、従来のフルカラー印刷が可能な画像形成装置に比べ極めて高速なフルカラー印刷を可能としている。

【 0 0 9 3 】

図13は、本発明のタンデム方式のフルカラー電子写真装置を説明するための概略図であり、下記するような変形例も本発明の範疇に属するものである。図13において、符号（1C，1M，1Y，1K）はドラム状の感光体であり、感光体は本発明の感光体である。この感光体（1C，1M，1Y，1K）は図中の矢印方向に回転し、その周りに少なくとも回転順に帯電部材（2C，2M，2Y，2K）、現像部材（4C，4M，4Y，4K）、クリーニング部材（5C，5M，5Y，5K）が配置されている。帯電部材（2C，2M，2Y，2K）は、感光体表面を均一に帯電するための帯電装置を構成する帯電部材である。

30

【 0 0 9 4 】

この帯電部材（2C，2M，2Y，2K）と現像部材（4C，4M，4Y，4K）の間の感光体裏面側より、図示しない露光部材からのレーザー光（3C，3M，3Y，3K）が照射され、感光体（1C，1M，1Y，1K）に静電潜像が形成されるようになっている。そして、このような感光体（1C，1M，1Y，1K）を中心とした4つの画像形成要素（6C，6M，6Y，6K）が、転写材搬送手段である転写搬送ベルト（10）に沿って並置されている。転写搬送ベルト（10）は各画像形成ユニット（6C，6M，6Y，6K）の現像部材（4C，4M，4Y，4K）とクリーニング部材（5C，5M，5Y，5K）の間で感光体（1C，1M，1Y，1K）に当接しており、転写搬送ベルト（10）の感光体側の裏側に当たる面（裏面）には転写バイアスを印加するための転写ブラシ（11C，11M，11Y，11K）が配置されている。各画像形成要素（6C，6M，6Y，6K）は現像装置内部のトナーの色が異なることであり、その他は全て同様の構成

40

50

となっている。

【0095】

図13に示す構成のカラー電子写真装置において、画像形成動作は次のようにして行なわれる。まず、各画像形成要素(6C, 6M, 6Y, 6K)において、感光体(1C, 1M, 1Y, 1K)が矢印方向(感光体と連れ周り方向)に回転する帯電部材(2C, 2M, 2Y, 2K)により帯電され、次に感光体の外側に配置された露光部(図示しない)でレーザー光(3C, 3M, 3Y, 3K)により、作成する各色の画像に対応した静電潜像が形成される。

【0096】

次に現像部材(4C, 4M, 4Y, 4K)により潜像を現像してトナー像が形成される。現像部材(4C, 4M, 4Y, 4K)は、それぞれC(シアン), M(マゼンタ), Y(イエロー), K(ブラック)のトナーで現像を行なう現像部材で、4つの感光体(1C, 1M, 1Y, 1K)上で作られた各色のトナー像は転写紙上で重ねられる。転写紙(7)は給紙コ口(8)によりトレイから送り出され、一对のレジストローラ(9)で一旦停止し、上記感光体上への画像形成とタイミングを合わせて転写搬送ベルト(10)に送られる。転写搬送ベルト(10)上に保持された転写紙(7)は搬送されて、各感光体(1C, 1M, 1Y, 1K)との当接位置(転写部)で各色トナー像の転写が行なわれる。

【0097】

感光体上のトナー像は、転写ブラシ(11C, 11M, 11Y, 11K)に印加された転写バイアスと感光体(1C, 1M, 1Y, 1K)との電位差から形成される電界により、転写紙(7)上に転写される。そして4つの転写部を通過して4色のトナー像が重ねられた記録紙(7)は定着装置(12)に搬送され、トナーが定着されて、図示しない排紙部に排紙される。また、転写部で転写されずに各感光体(1C, 1M, 1Y, 1K)上に残った残留トナーは、クリーニング装置(5C, 5M, 5Y, 5K)で回収される。

【0098】

なお、図13の例では画像形成要素は転写紙搬送方向上流側から下流側に向けて、C(シアン), M(マゼンタ), Y(イエロー), K(ブラック)の色の順で並んでいるが、この順番に限るものではなく、色順は任意に設定されるものである。また、黒色のみの原稿を作成する際には、黒色以外の画像形成要素(6C, 6M, 6Y)が停止するような機構を設けることは本発明に特に有効に利用できる。更に、図13において帯電部材は感光体と当接しているが、図12に示したような帯電機構にすることにより、両者の間に適当なギャップ(10 - 200 μ m程度)を設けてやることにより、両者の摩耗量が低減できると共に、帯電部材へのトナーフィルミングが少なく済み良好に使用できる。

【0099】

以上に示すような画像形成手段は、複写装置、ファクシミリ、プリンタ内に固定して組み込まれていてもよいが、各々の電子写真要素はプロセスカートリッジの形でそれら装置内に組み込まれてもよい。プロセスカートリッジとは、感光体を内蔵し、他に帯電手段、露光手段、現像手段、転写手段、クリーニング手段、除電手段等を含んだ1つの装置(部品)である。

【0100】

以上の図示した電子写真プロセスは、本発明における実施形態を例示するものであって、もちろん他の実施形態でも可能である。以上に示すような画像形成手段は、複写装置、ファクシミリ、プリンタ内に固定して組み込まれていてもよいが、プロセスカートリッジの形態でそれら装置内に組み込まれ、着脱自在としたものであってもよい。プロセスカートリッジの一例を図14に示す。画像形成装置用プロセスカートリッジとは、感光体(101)を内蔵し、他に帯電手段(102)、現像手段(104)、転写手段(106)、クリーニング手段(107)、除電手段(図示せず)の少なくとも一つを具備し、画像形成装置本体に着脱可能とした装置(部品)である。図14に例示される装置による画像形成プロセスについて示すと、本発明の電子写真感光体(101)は、回転しながら、帯電手段(102)による帯電、露光手段(103)による露光により、その表面に露

10

20

30

40

50

光像に対応する静電潜像が形成され、この静電潜像は、現像手段（１０４）でトナー現像され、該トナー現像は転写手段（１０６）により、転写体（１０５）に転写され、プリントアウトされる。次いで、像転写後の感光体表面は、クリーニング手段（１０７）によりクリーニングされ、更に除電手段（図示せず）により除電されて、再び以上の操作を繰り返すものである。

【実施例】

【０１０１】

以下、実施例により本発明を具体的に説明する。実施例中の部は質量部を表わす。

化合物の同定は、対称型ジスチリルベンゼン化合物については、個々の化合物についての単一合成を実施し、元素分析によってその構造を確認した後、高速液体クロマトグラフィーによるリテンションタイムの比較によって行なった。また、非対称型ジスチリルベンゼン化合物については、ジスチリルベンゼン化合物混合物からの分取高速液体クロマトグラフィーを用いた単離を実施し、元素分析によってその構造を確認した後、高速液体クロマトグラフィーによるリテンションタイムの比較によって行なった。化合物の同定および混合比を測定するための高速液体クロマトグラフィーの側定条件は以下の通りである。

カラム：ＯＤＳ系カラム、

溶離液：テトラヒドロフラン／メタノール＝１／１０（ｖ／ｖ）、

測定波長：２５４ｎｍ。

【０１０２】

[合成実施例１]（化合物Ｎｏ．１、Ｎｏ．１１およびＮｏ．１３からなるジスチリルベンゼン化合物混合物の合成）

p - キシレン - α , α ' - ジイルジホスホン酸テトラエチル １１．３５ｇ（３０．０ｍｍｏｌ）と４ - ジフェニルアミノベンズアルデヒド ８．６１ｇ（３１．５ｍｍｏｌ）、４ - (ジ - p - トリルアミノ) - ベンズアルデヒド ９．４９ｇ（３１．５ｍｍｏｌ）にテトラヒドロフラン ３４ｍｌを加え、これにカリウム - t - ブトキシド ８．０６ｇ（７２ｍｍｏｌ）を３０～４５ に加温しながら加えた。さらに、４５～５０ で１時間撹拌した後、メタノール １００ｍｌを加え、析出した結晶をろ過した。結晶をメタノールで洗浄した後、乾燥し、粗晶 １８．８０ｇ（収率；９７．２％）を得た。さらに、粗晶 １５．００ｇにトルエン ３００ｍｌを加え、５０ に加温して溶解した後、活性白土強（日本活性白土株式会社製） ７．５０ｇを加え、４５～５０ で１時間撹拌した。さらに活性白土強 ７．５０ｇを加え、４５～５０ で１時間撹拌した後、ろ過し、トルエンを留去した。テトラヒドロフラン／メタノールの混合溶媒で晶析を行ない、化合物Ｎｏ．１、Ｎｏ．１１およびＮｏ．１３からなるジスチリルベンゼン化合物混合物を、化合物Ｎｏ．１：化合物Ｎｏ．１１：化合物Ｎｏ．１３＝４８．５：２５．４：２５．９（高速液体クロマトグラフィーによるピーク面積比）の混合比で１４．５９ｇ（精製収率；９７．３％）得た。

【０１０３】

個々の化合物の元素分析値は以下の通りである。

化合物Ｎｏ．１；炭素：８９．４２％（８９．４０％）、水素：６．２４％（６．２５％）、窒素：４．３４％（４．３５％）、化合物Ｎｏ．１１；炭素：８９．５５％（８９．５８％）、水素：５．９０％（５．８８％）、窒素：４．５５％（４．５４％）、化合物Ｎｏ．１３；炭素：８９．２４％（８９．２５％）、水素：６．６０％（６．５９％）、窒素：４．１５％（４．１６％）（計算値をカッコ内に示す。）。

図１に合成実施例１で作製した化合物Ｎｏ．１、Ｎｏ．１１およびＮｏ．１３からなるジスチリルベンゼン化合物混合物のＩＲスペクトルを示す。

【０１０４】

[合成実施例２]（化合物Ｎｏ．２、Ｎｏ．１２およびＮｏ．１３からなるジスチリルベンゼン化合物混合物の合成１）

ジフェニルアミノベンズアルデヒド化合物として４ - (N - フェニル - N - p - トリルアミノ) - ベンズアルデヒド ７．２４ｇ（２５．２ｍｍｏｌ）、４ - (ジ - p - トリルアミノ) - ベンズアルデヒド １１．３９ｇ（３７．８ｍｍｏｌ）を使用した他は、合成実施

例 1 と同様にして反応、後処理を行ない、粗晶 18.86 g (収率; 95.0%) 得た。粗晶 15.00 g を合成実施例 1 と同様にして活性白土による吸着精製、晶析を行ない、化合物 No. 2、No. 12 および No. 13 からなるジスチリルベンゼン化合物混合物を、化合物 No. 2 : 化合物 No. 12 : 化合物 No. 13 = 45.7 : 12.6 : 40.9 (高速液体クロマトグラフィーによるピーク面積比) の混合比で 14.43 g (収率; 96.2%) 得た。

【0105】

個々の化合物の元素分析値は以下の通りである。

化合物 No. 2 ; 炭素 : 89.34% (89.32%)、水素 : 6.42% (6.43%)、窒素 : 4.23% (4.25%)、化合物 No. 12 ; 炭素 : 89.38% (89.40%)、水素 : 6.26% (6.25%)、窒素 : 4.35% (4.35%)、化合物 No. 13 ; 炭素 : 89.24% (89.25%)、水素 : 6.60% (6.59%)、窒素 : 4.15% (4.16%) (計算値をカッコ内に示す。)

10

図 2 に合成実施例 2 で作製した化合物 No. 2、No. 12 および No. 13 からなるジスチリルベンゼン化合物混合物の IR スペクトルを示す。

【0106】

[合成実施例 3] (化合物 No. 2、No. 12 および No. 13 からなるジスチリルベンゼン化合物混合物の合成 2)

ジフェニルアミノベンズアルデヒド化合物として 4-(N-フェニル-N-p-トリルアミノ)-ベンズアルデヒド 1.81 g (6.3 mmol)、4-(ジ-p-トリルアミノ)-ベンズアルデヒド 17.09 g (56.7 mmol) を使用した他は、合成実施例 1 と同様にして反応、後処理を行ない、粗晶 19.01 g (収率; 94.6%) 得た。粗晶 15.00 g を合成実施例 1 と同様にして活性白土による吸着精製、晶析を行ない、化合物 No. 2、No. 12 および No. 13 からなるジスチリルベンゼン化合物混合物を、化合物 No. 2 : 化合物 No. 12 : 化合物 No. 13 = 16.8 : 0.9 : 80.6 (高速液体クロマトグラフィーによるピーク面積比) の混合比で 14.36 g (収率; 95.7%) 得た。

20

【0107】

個々の化合物の元素分析値は以下の通りである。

化合物 No. 2 ; 炭素 : 89.34% (89.32%)、水素 : 6.42% (6.43%)、窒素 : 4.23% (4.25%)、化合物 No. 12 ; 炭素 : 89.38% (89.40%)、水素 : 6.26% (6.25%)、窒素 : 4.35% (4.35%)、化合物 No. 13 ; 炭素 : 89.24% (89.25%)、水素 : 6.60% (6.59%)、窒素 : 4.15% (4.16%) (計算値をカッコ内に示す。)

30

図 3 に合成実施例 3 で作製した化合物 No. 2、No. 12 および No. 13 からなるジスチリルベンゼン化合物混合物の IR スペクトルを示す。

【0108】

[合成実施例 4] (化合物 No. 3、No. 4、No. 5、No. 13、No. 18 および No. 19 からなるジスチリルベンゼン化合物混合物の合成)

ジフェニルアミノベンズアルデヒド化合物として 4-(ジ-p-トリルアミノ)-ベンズアルデヒド 15.19 g (50.4 mmol)、4-[N-フェニル-N-(5, 6, 7, 8-テトラヒドロナフタレン-1-イル)-アミノ]-ベンズアルデヒド 1.38 g (4.2 mmol)、4-[N-フェニル-N-(5, 6, 7, 8-テトラヒドロナフタレン-2-イル)-アミノ]-ベンズアルデヒド 2.75 g (8.4 mmol) を使用した他は、合成実施例 1 と同様にして反応、後処理を行ない、粗晶 18.94 g (収率; 92.4%) 得た。粗晶 15.00 g を合成実施例 1 と同様にして活性白土による吸着精製、晶析を行ない、化合物 No. 3、No. 4、No. 5、No. 13、No. 18 および No. 19 からなるジスチリルベンゼン化合物混合物を、化合物 No. 3 : 化合物 No. 4 : 化合物 No. 5 : 化合物 No. 13 : 化合物 No. 18 : 化合物 No. 19 = 6.2 : 19.1 : 0.3 : 73.0 : 0.1 : 0.9 (高速液体クロマトグラフィーによるピ

40

50

ーク面積比)の混合比で13.23 g (収率; 88.2%) 得た。

【0109】

個々の化合物の元素分析値は以下の通りである。

化合物No. 3; 炭素: 89.39% (89.36%)、水素: 6.61% (6.63%)、窒素: 4.00% (4.01%)、化合物No. 4; 炭素: 89.36% (89.36%)、水素: 6.62% (6.63%)、窒素: 4.02% (4.01%)、化合物No. 5; 炭素: 89.49% (89.46%)、水素: 6.67% (6.68%)、窒素: 3.84% (3.86%)、化合物No. 13; 炭素: 89.24% (89.25%)、水素: 6.60% (6.59%)、窒素: 4.15% (4.16%)、化合物No. 18; 炭素: 89.50% (89.46%)、水素: 6.66% (6.68%)、窒素: 3.84% (3.86%)、化合物No. 19; 炭素: 89.43% (89.46%)、水素: 6.71% (6.68%)、窒素: 3.86% (3.86%) (計算値をカッコ内に示す。)

10

図4に合成実施例4で作製した化合物No. 3、No. 4、No. 5およびNo. 13、No. 18、No. 19からなるジスチリルベンゼン化合物混合物のIRスペクトルを示す。

【0110】

[合成実施例5] (化合物No. 3、No. 4、No. 5、No. 13、No. 18およびNo. 19からなるジスチリルベンゼン化合物混合物の合成2)

ジフェニルアミノベンズアルデヒド化合物として4-(ジ-p-トリルアミノ)-ベンズアルデヒド18.04 g (59.85 mmol)、4-[N-フェニル-N-(5,6,7,8-テトラヒドロナフタレン-1-イル)-アミノ]-ベンズアルデヒド0.34 g (1.05 mmol)、4-[N-フェニル-N-(5,6,7,8-テトラヒドロナフタレン-2-イル)-アミノ]-ベンズアルデヒド0.69 g (2.10 mmol)を使用した他は、合成実施例1と同様にして反応、後処理を行ない、粗晶19.10 g (収率; 94.2%) 得た。粗晶15.00 gを合成実施例1と同様にして活性白土による吸着精製、晶析を行ない、化合物No. 3、No. 4、No. 5、No. 13、No. 18およびNo. 19からなるジスチリルベンゼン化合物混合物を、化合物No. 3: 化合物No. 4: 化合物No. 5: 化合物No. 13: 化合物No. 18: 化合物No. 19 = 1.0: 4.8: 0: 94.2: 0: 0 (高速液体クロマトグラフィーによるピーク面積比)の混合比で13.65 g (収率; 91.0%) 得た。

20

30

【0111】

個々の化合物の元素分析値は以下の通りである。

化合物No. 3; 炭素: 89.39% (89.36%)、水素: 6.61% (6.63%)、窒素: 4.00% (4.01%)、化合物No. 4; 炭素: 89.36% (89.36%)、水素: 6.62% (6.63%)、窒素: 4.02% (4.01%)、化合物No. 5; 炭素: 89.49% (89.46%)、水素: 6.67% (6.68%)、窒素: 3.84% (3.86%)、化合物No. 13; 炭素: 89.24% (89.25%)、水素: 6.60% (6.59%)、窒素: 4.15% (4.16%)、化合物No. 18; 炭素: 89.50% (89.46%)、水素: 6.66% (6.68%)、窒素: 3.84% (3.86%)、化合物No. 19; 炭素: 89.43% (89.46%)、水素: 6.71% (6.68%)、窒素: 3.86% (3.86%) (計算値をカッコ内に示す。)

40

図5に合成実施例5で作製した化合物No. 3、No. 4、No. 5およびNo. 13、No. 18、No. 19からなるジスチリルベンゼン化合物混合物のIRスペクトルを示す。

【0112】

[有機溶剤に対する溶解度]

合成実施例1~5のジスチリルベンゼン化合物混合物および単一合成したジスチリルベンゼン化合物(化合物No. 11、No. 12およびNo. 13)の25におけるトル

50

エンまたはテトラヒドロフランに対する溶解度を測定した。結果を表 1 に示した。溶解度の単位は % (重量 / 重量) で表わした。

【 0 1 1 3 】

【 表 1 】

	トルエン	テトラヒドロフラン
合成実施例 1	2. 0	3 5. 5
合成実施例 2	4. 5	3 5. 7
合成実施例 3	3. 0	2 0. 8
合成実施例 4	2. 4	3 4. 0
合成実施例 5	3. 2	2 4. 4
化合物 N o. 1 1	0. 8	6. 1
化合物 N o. 1 2	0. 9	5. 0
化合物 N o. 1 3	1. 0	5. 2

10

【 0 1 1 4 】

本発明のジスチリルベンゼン化合物混合物と単一合成したジスチリルベンゼン化合物の溶解度を比較すると、単一合成したジスチリルベンゼン化合物ではトルエンに対する溶解度が極めて低い、ジスチリルベンゼン化合物混合物では、単一合成したジスチリルベンゼン化合物の 2 倍以上の溶解度を示し、さらに、テトラヒドロフランに対する本発明のジスチリルベンゼン化合物混合物の溶解度は、単一合成したジスチリルベンゼン化合物の 3 ~ 7 倍の溶解度を示し溶解性に優れていることが確認できた。また、結着樹脂と共に溶解した場合にも、本発明のジスチリルベンゼン化合物混合物の塗布液は単一合成したジスチリルベンゼン化合物の塗布液と比較して溶解安定性に優れている。

20

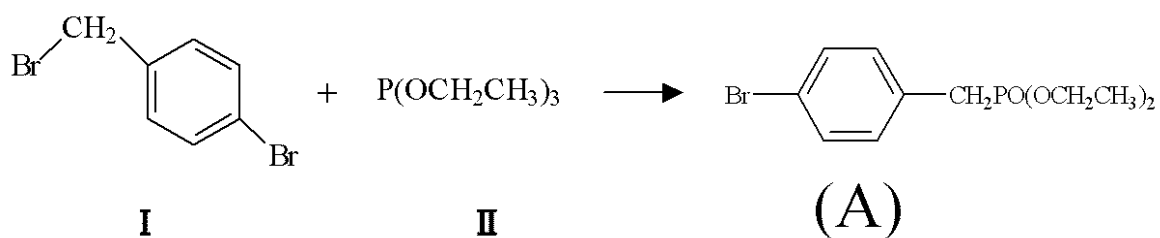
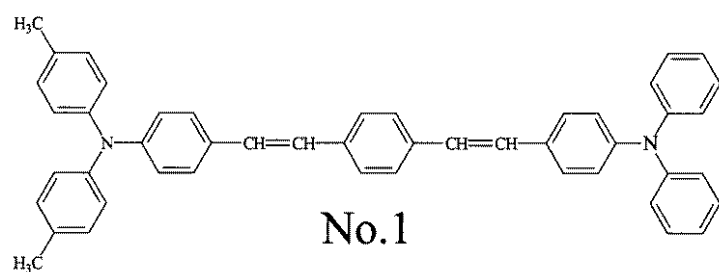
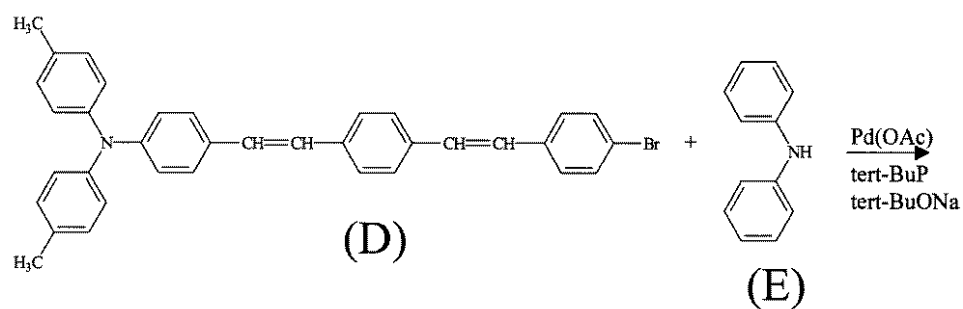
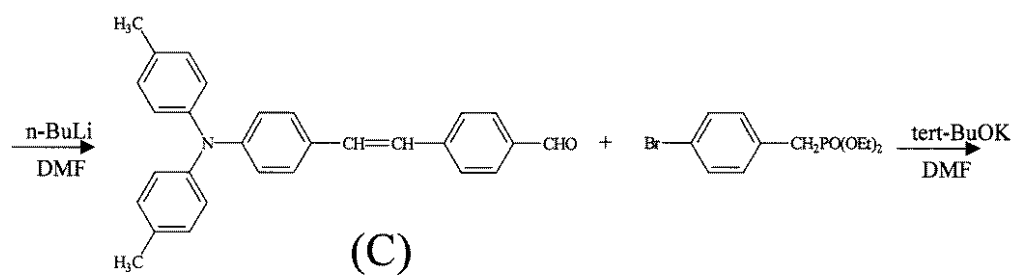
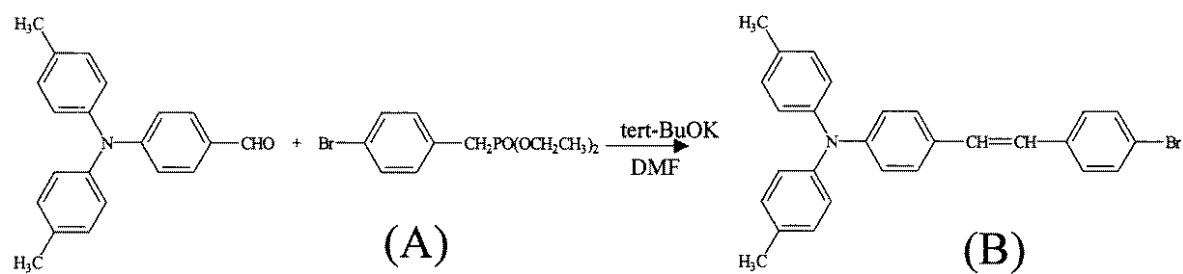
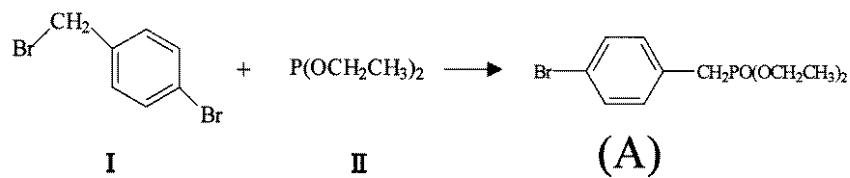
【 0 1 1 5 】

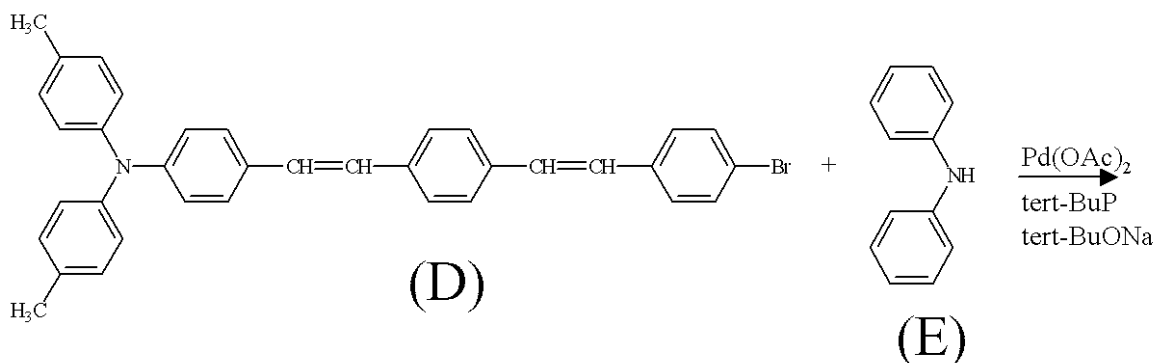
[合成実施例 6]

以下の反応スキームに沿って化合物 N o. 1 を合成した。

【 0 1 1 6 】

【化 3 4】





10

【0117】

(I)で表わされる4-ブロモベンジルブロミド(東京化成)250g(1mol)、(II)で表わされるトリエチルホスファイト500g(3mol)を140℃で13時間攪拌した。その後、室温まで冷却した後、蒸溜によりトリエチルホスファイトを除去し、化合物A286gを得た(収率93%)。

【0118】

4-(ジ-p-トリルアミノ)-ベンズアルデヒド50.00g(0.1659mol)と化合物(A)50.94g(0.1659mol)を混合し、脱水DMF450ml中8℃で攪拌した。その後、tert-BuOK(関東化学)22.23g(0.1991mol)を加え室温で3時間攪拌した。続いて生成物にトルエンを加え、イオン交換水で有機層を洗浄した。有機層に硫酸マグネシウムを用いて脱水した後にろ過し、減圧蒸留を行なった。得られた固形物をカラムクロマトグラフィー(担体;シリカゲル、溶離液;トルエン:n-ヘキサン=1:9)によって精製し、さらにメタノールとトルエンを用いて再結晶を行ない、化合物(B)43.14gを得た(収率57.2%)。

20

【0119】

化合物(B)8.87g(19.52mmol)を脱水テトラヒドロフラン100ml中に加え、アルゴン雰囲気下、-72℃の条件下で攪拌した。続いて2.77mol/lのn-BuLiのヘキサン溶液8.45mlを添加し、-72℃で1時間攪拌した。その後、2.14gの脱水DMFを加え、-72℃で1時間攪拌した。続いて室温で1時間攪拌し、イオン交換水10mlを加えた。反応液にトルエンを加え、有機層をイオン交換水で3回洗浄を行なった。その後、有機層に硫酸マグネシウムを加え、ろ過した後に減圧蒸留を行ない、9.46gの固形分を得た。得られた固形分9.46gをカラムクロマトグラフィー(担体;シリカゲル、溶離液;トルエン:シクロヘキサン=2:1)によって精製し、化合物(C)6.59g(収率83.6%)を得た。

30

【0120】

化合物(C)6.58g(16.3mmol)、化合物(A)5.256g(17.12mmol)を脱水DMF100mlに加え、3~5℃で攪拌した。その後、tert-BuOK2.194g(19.56mmol)を添加し、室温で2時間攪拌した。続いて酢酸、イオン交換水を順次加えた。その後、ろ過し、固形物をイオン交換水、メタノール、イオン交換水で順次洗浄した。固形物を乾燥させ、化合物(D)6.21g(収率68.4%)を得た。

40

【0121】

化合物(D)1.669g(3mmol)、化合物(E)0.577g(3.15mmol)、tert-BuONa(関東化学)0.345g(3.6mmol)、O-キシレン20ml、酢酸パラジウム(II)(東京化成)0.0168g(0.075mmol)をアルゴン雰囲気下、室温で攪拌した。その後、tert-BuP0.0607g(0.3mmol)をO-キシレン1mlの溶解液に加え、80℃で15分攪拌した。その後、6時間還流、攪拌を行なった。続いてトルエン、活性白土を加え、ろ過した後、ろ液を

50

減圧蒸留し、粗結晶 3.2 g を得た。得られた固形物をカラムクロマトグラフィー（担体；シリカゲル、溶離液；トルエン：シクロヘキサン = 3：7）によって精製し、粗結晶 2.1 g を得た。粗結晶 2.1 g をエタノールとトルエンを用いて再結晶し、結晶 1.56 g を得た。結晶 1.56 g をエタノールを用いて還流撪拌した後、濾過をし、化合物 No. 1：1.23 g（収率 62.2%）を得た。

【0122】

[合成実施例 7]（化合物 No. 11 の合成）

p - キシレン - α , α' - ジイルジホスホン酸テトラエチル 11.35 g (30.0 mmol) と 4 - ジフェニルアミノベンズアルデヒド 17.22 g (63.0 mmol) にテトラヒドロフラン 34 ml を加え、これにカリウム - t - ブトキシド 8.06 g (72 mmol) を 30 ~ 45 に加温しながら加えた。さらに、45 ~ 50 で 1 時間撪拌した後、メタノール 100 ml を加え、析出した結晶をろ過した。結晶をメタノールで洗浄した後、乾燥し、粗晶 18.02 g（収率；97.4%）を得た。さらに、粗晶 15.00 g にトルエン 1200 ml を加え、50 に加温して溶解した後、活性白土強（日本活性白土株式会社製）7.50 g を加え、45 ~ 50 で 1 時間撪拌した。さらに活性白土強 7.50 g を加え、45 ~ 50 で 1 時間撪拌した後、ろ過し、トルエンを留去した。テトラヒドロフラン / メタノールの混合溶媒で晶析を行ない、No. 11：14.04 g（精製収率；93.6%）得た。

10

【0123】

[合成実施例 8]（化合物 No. 12 の合成）

p - キシレン - α , α' - ジイルジホスホン酸テトラエチル 11.35 g (30.0 mmol) と 4 - (N - フェニル - N - p - トリルアミノ) - ベンズアルデヒド 18.22 g (63.4 mmol) にテトラヒドロフラン 34 ml を加え、これにカリウム - t - ブトキシド 8.06 g (72 mmol) を 30 ~ 45 に加温しながら加えた。さらに、45 ~ 50 で 1 時間撪拌した後、メタノール 100 ml を加え、析出した結晶をろ過した。結晶をメタノールで洗浄した後、乾燥し、粗晶 18.22 g（収率；94.1%）を得た。さらに、粗晶 15.00 g にトルエン 1200 ml を加え、50 に加温して溶解した後、活性白土強（日本活性白土株式会社製）7.50 g を加え、45 ~ 50 で 1 時間撪拌した。さらに活性白土強 7.50 g を加え、45 ~ 50 で 1 時間撪拌した後、ろ過し、トルエンを留去した。テトラヒドロフラン / メタノールの混合溶媒で晶析を行ない、No. 12：14.11 g（精製収率；94.0%）得た。

20

30

【0124】

[合成実施例 9]（化合物 No. 13 の合成）

p - キシレン - α , α' - ジイルジホスホン酸テトラエチル 11.35 g (30.0 mmol) と 4 - (ジ - p - トリルアミノ) - ベンズアルデヒド 18.98 g (31.5 mmol) にテトラヒドロフラン 34 ml を加え、これにカリウム - t - ブトキシド 8.06 g (72 mmol) を 30 ~ 45 に加温しながら加えた。さらに、45 ~ 50 で 1 時間撪拌した後、メタノール 100 ml を加え、析出した結晶をろ過した。結晶をメタノールで洗浄した後、乾燥し、粗晶 20.98 g（収率；93.5%）を得た。さらに、粗晶 15.00 g にトルエン 1200 ml を加え、50 に加温して溶解した後、活性白土強（日本活性白土株式会社製）7.50 g を加え、45 ~ 50 で 1 時間撪拌した。さらに活性白土強 7.50 g を加え、45 ~ 50 で 1 時間撪拌した後、ろ過し、トルエンを留去した。テトラヒドロフラン / メタノールの混合溶媒で晶析を行ない、No. 13：14.38 g（精製収率；93.6%）得た。

40

【0125】

[合成実施例 10]

WO 2007 / 086439 号公報に記載の合成実施例 1 に従い、ターフェニル化合物混合物を合成した。

即ち、4 - メチルジフェニルアミン 16.86 g (92 mmol)、ジフェニルアミン 3.89 g (23 mmol)、4,4'' - ジヨード - p - ターフェニル 24.1 g (50

50

mmol)、無水炭酸カリウム17.25g(125mmol)、銅粉0.32g(5mmol)、亜硫酸水素ナトリウム0.52g(5mmol)、スルホラン10mlを混合し、窒素ガスを導入しながら220~225℃まで加熱し6時間攪拌した。反応終了後、キシレン90mlおよびトルエン150mlで反応生成物を抽出し、不溶分をろ別除去した後、ろ液を濃縮乾固した。得られた固形物をカラムクロマトグラフィー(担体;シリカゲル、溶離液;トルエン:ヘキサン=1:4)によって精製し、4,4'-ビス(4-メチルジフェニルアミノ)-p-ターフェニル、4-(4-メチルジフェニルアミノ)-4'-ジフェニルアミノ-p-ターフェニルおよび4,4'-ビス(ジフェニルアミノ)-p-ターフェニルからなるp-ターフェニル化合物混合物を25.78g(収率;87.8%、融点;157.2~159.2℃)を得た。4,4'-ビス(4-メチルジフェニルアミノ)-p-ターフェニル:4-(4-メチルジフェニルアミノ)-4'-ジフェニルアミノ-p-ターフェニル:4,4'-ビス(ジフェニルアミノ)-p-ターフェニル=65.8:30.5:3.4であった(高速液体クロマトグラフィーによるピーク面積比)。

10

p-ターフェニル化合物混合物のIRスペクトルを測定したところ、WO 2007/086439号公報の図8と同様のIRスペクトルが得られた。

【0126】

[合成実施例11]

WO 2007/086439号公報に記載の合成実施例2に従い、ターフェニル化合物混合物を合成した。

20

即ち、4-メチルジフェニルアミン16.86g(92mmol)、2,4-ジフェニルアミン4.53g(23mmol)、4,4''-ジヨード-p-ターフェニル24.1g(50mmol)、無水炭酸カリウム17.25g(125mmol)、銅粉0.32g(5mmol)、亜硫酸水素ナトリウム0.52g(5mmol)、スルホラン10mlを混合し、窒素ガスを導入しながら220~225℃まで加熱し6時間攪拌した。反応終了後、キシレン90mlおよびトルエン150mlで反応生成物を抽出し、不溶分をろ別除去した後、ろ液を濃縮乾固した。得られた固形物をカラムクロマトグラフィー(担体;シリカゲル、溶離液;トルエン:ヘキサン=1:4)によって精製し、4,4'-ビス(4-メチルジフェニルアミノ)-p-ターフェニル、4-(4-メチルジフェニルアミノ)-4'-ジメチルジフェニルアミノ-p-ターフェニルおよび4,4'-ビス(2,4-ジメチルジフェニルアミノ)-p-ターフェニルからなるp-ターフェニル化合物混合物を26.65g(収率;89.1%、融点;174.1~177.0℃)を得た。4,4'-ビス(4-メチルジフェニルアミノ)-p-ターフェニル:4-(4-メチルジフェニルアミノ)-4'-ジメチルジフェニルアミノ-p-ターフェニル:4,4'-ビス(2,4-ジメチルジフェニルアミノ)-p-ターフェニル=69.0:27.2:2.9であった(高速液体クロマトグラフィーによるピーク面積比)。

30

p-ターフェニル化合物混合物のIRスペクトルを測定したところ、WO 2007/086439号公報の図9と同様のIRスペクトルが得られた。

【0127】

40

[合成実施例12]

WO 2007/086439号公報に記載の合成実施例3に従い、ターフェニル化合物混合物を合成した。

即ち、4-メチルジフェニルアミン16.86g(92mmol)、4,4'-ジメチルジフェニルアミン4.53g(23mmol)、4,4''-ジヨード-p-ターフェニル24.1g(50mmol)、無水炭酸カリウム17.25g(125mmol)、銅粉0.32g(5mmol)、亜硫酸水素ナトリウム0.52g(5mmol)、スルホラン10mlを混合し、窒素ガスを導入しながら220~225℃まで加熱し6時間攪拌した。反応終了後、キシレン90mlおよびトルエン150mlで反応生成物を抽出し、不溶分をろ別除去した後、ろ液を濃縮乾固した。得られた固形物をカラムクロマトグラフィー

50

ー（担体；シリカゲル、溶離液；トルエン：ヘキサン＝１：４）によって精製し、４，４'-ビス（４-メチルジフェニルアミノ）-p-ターフェニル、４-（４-メチルジフェニルアミノ）-４'-（４，４-ジメチルジフェニルアミノ）-p-ターフェニルおよび４，４'-ビス（４，４-ジメチルジフェニルアミノ）-p-ターフェニルからなるp-ターフェニル化合物混合物を２４．６８ｇ（収率；８２．５％、融点；１７２．６～１７３．８）を得た。４，４'-ビス（４-メチルジフェニルアミノ）-p-ターフェニル：４-（４-メチルジフェニルアミノ）-４'-（４，４ジメチルジフェニルアミノ）-p-ターフェニル：４，４'-ビス（４，４-ジメチルジフェニルアミノ）-p-ターフェニル＝６４．５：３１．４：３．６であった（高速液体クロマトグラフィーによるピーク面積比）。

10

p-ターフェニル化合物混合物のIRスペクトルを測定したところ、W O 2 0 0 7 / 0 8 6 4 3 9 号公報の図 1 0 と同様のIRスペクトルが得られた。

【 0 1 2 8 】

化合物の同定は、個々の化合物について単一合成を実施し、高速液体クロマトグラフィーによるリテンションタイムの比較によって行なった。化合物の同定および混合比を測定するための高速液体クロマトグラフィーの側定条件は以下の通りである。カラム：ODS系カラム、溶離液：テトラヒドロフラン／メタノール＝１／１０（v／v）、測定波長：２５４nm。

単一合成したものの同定は元素分析によって行ない、それぞれ目的物であることを確認した。

20

【 0 1 2 9 】

< 実施例 1 >

（チタニルフタロシアニン結晶の合成）

はじめに、電荷発生剤に用いたチタニルフタロシアニン結晶の合成方法について述べる。合成は、特開 2 0 0 4 - 8 3 8 5 9 号公報に準じた。

即ち、１，３-ジイミノイソインドリン 2 9 2 部とスルホラン 1 8 0 0 部を混合し、窒素気流下でチタニウムテトラブトキシド 2 0 4 部を滴下する。滴下終了後、徐々に 1 8 0 まで昇温し、反応温度を 1 7 0 ～ 1 8 0 の間に保ちながら 5 時間攪拌して反応を行なった。反応終了後、放冷した後、析出物を濾過し、クロロホルムで粉体が青色になるまで洗浄し、次にメタノールで数回洗浄し、更に 8 0 の熱水で数回洗浄した後乾燥し、粗チタニルフタロシアニンを得た。粗チタニルフタロシアニンを 2 0 倍量の濃硫酸に溶解し、1 0 0 倍量の氷水に攪拌しながら滴下し、析出した結晶を濾過し、次いで、洗浄液が中性になるまでイオン交換水（pH：7．0、比伝導度：1．0 μS / cm）により水洗いを繰り返し（洗浄後のイオン交換水の pH 値は 6．8、比伝導度は 2．6 μS / cm であった）、チタニルフタロシアニン顔料のウェットケーキ（水ペースト）を得た。

30

【 0 1 3 0 】

得られたこのウェットケーキ（水ペースト）4 0 部をテトラヒドロフラン 2 0 0 部に投入し、室温下でホモキサー（ケニス、MARK I I f モデル）により強烈に攪拌（2 0 0 0 r p m）し、ペーストの濃紺色の色が淡い青色に変化したら（攪拌開始後 2 0 分）、攪拌を停止し、直ちに減圧濾過を行なった。濾過装置上で得られた結晶をテトラヒドロフランで洗浄し、顔料のウェットケーキを得た。これを減圧下（5 mm H g）、7 0 で 2 日間乾燥して、チタニルフタロシアニン結晶 8．5 質量部を得た。これを顔料 1 とする。前記ウェットケーキの固形分濃度は、1 5 質量％であった。結晶変換溶媒は、前記ウェットケーキに対する質量比で 3 3 倍の量を用いた。なお、合成例 1 の原材料には、ハロゲン含有化合物を使用していない。得られたチタニルフタロシアニン粉末を、下記の条件により X 線回折スペクトル測定したところ、Cu - K α 線（波長 1．5 4 2 ）に対するブラッグ角 2 θ が 2 7．2 ± 0．2 ° に最大ピークと最低角 7．3 ± 0．2 ° にピークを有し、更に 9．4 ± 0．2 °、9．6 ± 0．2 °、2 4．0 ± 0．2 ° に主要なピークを有し、かつ 7．3 ° のピークと 9．4 ° のピークの間にピークを有さず、更に 2 6．3 ° にピークを有さないチタニルフタロシアニン粉末を得られた。その結果を図 1 0 に示す。

40

50

(X 線回折スペクトル測定条件)

X 線管球 : C u

電圧 : 5 0 k V

電流 : 3 0 m A

走査速度 : 2 ° / 分

走査範囲 : 3 ° ~ 4 0 °

時定数 : 2 秒

【 0 1 3 1 】

導電性支持体としての直径 3 0 m m のアルミニウムシリンダーに、下記組成の下引き層塗工液、電荷発生層塗工液、電荷輸送層塗工液、架橋型電荷輸送層塗工液を、順次塗布・乾燥し、約 3 . 5 μ m の下引き層、約 0 . 2 μ m の電荷発生層、約 2 3 μ m の電荷輸送層、約 5 μ m の架橋型電荷輸送層を形成し、積層感光体を作製した。なお、各層の塗工後に指触乾燥を行なった後、下引き層は 1 3 0 、電荷発生層は 9 5 、電荷輸送層は 1 2 0 で各々 2 0 分乾燥を行なうことにより、導電性支持体 / 下引き層 / 電荷発生層 / 電荷輸送層からなる電子写真感光体を得た。

10

(下引き層用塗工液)

酸化チタン 5 0 部

(C R - E L 、平均一次粒径 : 約 0 . 2 5 μ m 、石原産業 (株) 製)

アルキッド樹脂 1 4 部

(ベッコライト M 6 4 0 1 - 5 0 、固形分 : 5 0 % 、

大日本インキ化学工業 (株) 製)

20

メラミン樹脂 8 部

(L - 1 4 5 - 6 0 、固形分 : 6 0 % 、大日本インキ化学工業 (株) 製)

2 - ブタノン 7 0 部

【 0 1 3 2 】

(電荷発生層用塗工液)

作製したチタニルフタロシアニン結晶を下記組成の処方にて、下記に示す条件にて分散を行ない、電荷発生層用塗工液を作製した。

チタニルフタロシアニン結晶 1 5 部

ポリビニルブチラル (積水化学製 : B X - 1) 1 0 部

30

2 - ブタノン 2 8 0 部

市販のビーズミル分散機に直径 0 . 5 m m の P S Z ボールを用い、ポリビニルブチラルを溶解した 2 - ブタノン溶液及び上記顔料を投入し、ローター回転数 1 2 0 0 r . p . m . にて 3 0 分間分散を行ない、電荷発生層用塗工液を作製した。

なお、電荷発生層の膜厚は、7 8 0 n m における電荷発生層の透過率が 2 5 % になるように調整した。電荷発生層の透過率は、下記組成の電荷発生層塗工液を、ポリエチレンテレフタレートフィルムを巻き付けたアルミシリンダーに感光体作製と同じ条件で塗工を行ない、電荷発生層を塗工していないポリエチレンテレフタレートフィルムを比較対照とし、市販の分光光度計 (島津 : U V - 3 1 0 0) にて、7 8 0 n m の透過率を評価した。

40

【 0 1 3 3 】

(電荷輸送層用塗工液)

ビスフェノール Z ポリカーボネート 1 0 部

(パンライト T S - 2 0 5 0 、帝人化成製)

合成実施例 1 の電荷輸送剤 7 部

テトラヒドロフラン / トルエン (8 / 2) 混合溶媒 6 8 部

1 % シリコンオイル 溶媒 : テトラヒドロフラン / トルエン (8 / 2) 混合溶液

0 . 2 部

(K F 5 0 - 1 C S 、信越化学工業製)

【 0 1 3 4 】

< 実施例 2 >

50

電荷輸送層の電荷輸送剤を合成実施例 2 のジスチリルベンゼン化合物混合物に換えた以外は実施例 1 と同様に電子写真感光体を作製した。

【0135】

< 実施例 3 >

電荷輸送層の電荷輸送剤を合成実施例 3 のジスチリルベンゼン化合物混合物に換えた以外は実施例 1 と同様に電子写真感光体を作製した。

【0136】

< 実施例 4 >

電荷輸送層の電荷輸送剤を合成実施例 4 のジスチリルベンゼン化合物混合物に換えた以外は実施例 1 と同様に電子写真感光体を作製した。

【0137】

< 実施例 5 >

電荷輸送層の電荷輸送剤を合成実施例 5 のジスチリルベンゼン化合物混合物に換えた以外は実施例 1 と同様に電子写真感光体を作製した。

【0138】

< 実施例 6 >

電荷輸送層の電荷輸送剤を下記化合物を下記質量比で混合した混合物に換えた以外は実施例 1 と同様に電子写真感光体を作製した。

化合物 No. 1 : 化合物 No. 11 : 化合物 No. 13 = 60 : 10 : 30

【0139】

< 実施例 7 >

電荷輸送層の電荷輸送剤を下記化合物を下記質量比で混合した混合物に換えた以外は実施例 1 と同様に電子写真感光体を作製した。

化合物 No. 1 : 化合物 No. 11 : 化合物 No. 13 = 0.7 : 49.8 : 49.5

【0140】

< 実施例 8 >

電荷輸送層の電荷輸送剤として、下記化合物を下記質量比で混合した混合物に換えた以外は実施例 1 と同様に電子写真感光体を作製した。

化合物 No. 1 : 化合物 No. 11 : 化合物 No. 13 = 1.4 : 49.1 : 49.5

< 実施例 9 >

電荷輸送層の電荷輸送剤を下記化合物を下記質量比で混合した混合物に換えた以外は実施例 1 と同様に電子写真感光体を作製した。

化合物 No. 1 : 化合物 No. 11 : 化合物 No. 13 = 48.5 : 25.4 : 25.9

【0141】

< 実施例 10 >

電荷輸送層用塗工液の組成を以下のものに変更し、電荷輸送層の膜厚を約 15 μm とした以外は実施例 1 と同様に電子写真感光体を作製した。

【0142】

(電荷輸送層用塗工液)

ビスフェノール Z ポリカーボネート 10 部

(パンライト TS - 2050、帝人化成製)

合成実施例 1 の電荷輸送剤 4 部

テトラヒドロフラン 79 部

1% シリコンオイル 溶媒：テトラヒドロフラン 0.2 部

(KF50 - 1CS、信越化学工業製)

【0143】

< 実施例 11 >

電荷輸送層の電荷輸送剤を合成実施例 2 のジスチリルベンゼン化合物混合物に換えた以外は実施例 10 と同様に電子写真感光体を作製した。

【0144】

10

20

30

40

50

< 実施例 1 2 >

電荷輸送層の電荷輸送剤を合成実施例 3 のジスチリルベンゼン化合物混合物に換えた以外は実施例 1 0 と同様に電子写真感光体を作製した。

【 0 1 4 5 】

< 比較例 1 >

電荷輸送層の電荷輸送剤を化合物 N o . 1 1 に換えた以外は実施例 1 と同様に電子写真感光体を作製した。

【 0 1 4 6 】

< 比較例 2 >

電荷輸送層の電荷輸送剤を化合物 N o . 1 2 に換えた以外は実施例 1 と同様に電子写真感光体を作製した。

【 0 1 4 7 】

< 比較例 3 >

電荷輸送層の電荷輸送剤を化合物 N o . 1 3 に換えた以外は実施例 1 と同様に電子写真感光体を作製した。

【 0 1 4 8 】

< 比較例 4 >

電荷輸送層の電荷輸送剤を合成実施例 1 0 のターフェニル化合物混合物に換えた以外は実施例 1 と同様に電子写真感光体を作製した。

【 0 1 4 9 】

< 比較例 5 >

電荷輸送層の電荷輸送剤を合成実施例 1 1 のターフェニル化合物混合物に換えた以外は実施例 1 と同様に電子写真感光体を作製した。

【 0 1 5 0 】

< 比較例 6 >

電荷輸送層の電荷輸送剤を合成実施例 1 2 のターフェニル化合物混合物に換えた以外は実施例 1 と同様に電子写真感光体を作製した。

【 0 1 5 1 】

< 比較例 7 >

電荷輸送層の電荷輸送剤を化合物 N o . 1 1 に換えた以外は実施例 1 0 と同様に電子写真感光体を作製した。なお、塗工液を約 6 0 に加熱し電荷輸送剤を完全に溶解させた。

【 0 1 5 2 】

< 比較例 8 >

電荷輸送層の電荷輸送剤を化合物 N o . 1 2 に換えた以外は実施例 1 0 と同様に電子写真感光体を作製した。なお、塗工液を約 6 0 に加熱し電荷輸送剤を完全に溶解させた。

【 0 1 5 3 】

< 比較例 9 >

電荷輸送層の電荷輸送剤を化合物 N o . 1 3 に換えた以外は実施例 1 0 と同様に電子写真感光体を作製した。なお、塗工液を約 6 0 に加熱し電荷輸送剤を完全に溶解させた。

【 0 1 5 4 】

(溶解性試験)

下記組成の溶液に電荷輸送剤を 7 部添加し、 2 5 で攪拌した。電荷輸送剤が溶解するまでに要した時間で溶解性を評価した。

ビスフェノール Z ポリカーボネート

1 0 部

(パンライト T S - 2 0 5 0 、 帝人化成製)

テトラヒドロフラン / トルエン (8 / 2) 混合溶媒

6 8 部

1 % シリコンオイル 溶媒 : テトラヒドロフラン / トルエン (8 / 2) 混合溶液

0 . 2 部

(K F 5 0 - 1 C S 、 信越化学工業製)

電荷輸送剤の溶解性は以下の基準で判定した。

10

20

30

40

50

- 5 : 5 分以内に溶解
 4 : 1 0 分以内に溶解
 3 : 2 0 分以内に溶解
 2 : 3 0 分以内に溶解
 1 : 2 5 分で溶解せず

【 0 1 5 5 】

(明部電位測定)

明部電位測定にはリコー製 i m a g i o N e o 2 7 0 を用いた。

i m a g i o N e o 2 7 0 の現像ユニットを分解し、表面電位計に接続された電位計プローブを現像ユニットに取り付け、それに感光体をセットして、暗部電位が - 8 0 0 (V) になるように印加電位を調節した後、黒ベタ画像を出力することによって、明部電位を測定した。表面電位計は T R E K M O D E L 3 4 4 を用いた。

10

【 0 1 5 6 】

(クラッキング試験)

実施例および比較例で作製した電子写真感光体の表面にオレイン酸のメタノール溶液 (0 . 1 重量部) を 0 . 0 1 g ずつ付着させた。その電子写真感光体を 2 3 、 5 5 % R H の条件下で 7 2 時間放置した。試験終了後、明部電位測定と同じ機種、条件で黒ベタ画像を出力し、クラッキングを確認した。クラッキングが発生した電子写真感光体で出力した画像には、クラッキング発生部分に画像欠陥が確認できた。

20

【 0 1 5 7 】

実施例、比較例で用いた電荷輸送剤およびその混合比を表 2 に示す。

実施例 6 ~ 8 の混合比は各々の化合物の質量比を表わす。比較例 1 ~ 3 、比較例 7 ~ 9 の混合比は単体を添加したことを示す。その他は高速液体クロマトグラフィーによるピーク面積比である。なお、比較例 3 ~ 5 に関してはジスチリルベンゼンが含まれていないため、混合比を記載していない。

実施例 1 ~ 8 および比較例 1 ~ 6 の溶解性試験結果、明部電位測定結果、クラッキング試験結果を表 3 に示す。

実施例 9 ~ 1 1 および比較例 7 ~ 9 のクラッキング試験の結果を表 4 に示す。

【 0 1 5 8 】

【 表 2 】

30

	電荷輸送剤	非対称型ジスチリルベンゼン					対称型ジスチリルベンゼン				
		No.1	No.2	No.3	No.4	No.5	No.11	No.12	No.13	No.18	No.19
実施例1	合成実施例1	48.5					25.4		25.9		
実施例2	合成実施例2		45.7					12.6	40.9		
実施例3	合成実施例3		16.8					0.9	80.6		
実施例4	合成実施例4			6.2	19.1	0.3			73.0	0.1	0.9
実施例5	合成実施例5			1.0	4.8	0.0			93.9	0.0	0.0
実施例6	NO. 1、No. 11、No. 13の混合物	60					10		30		
実施例7	NO. 1、No. 11、No. 13の混合物	0.7					49.8		49.5		
実施例8	NO. 1、No. 11、No. 13の混合物	1.4					49.1		49.5		
実施例9	NO. 1、No. 11、No. 13の混合物	48.5					25.4		25.9		
実施例10	合成実施例1	48.5					25.4		25.9		
実施例11	合成実施例2		45.7					12.6	40.9		
実施例12	合成実施例3		16.8					0.9	80.6		
比較例1	合成実施例7						100				
比較例2	合成実施例8							100			
比較例3	合成実施例9								100		
比較例4	合成実施例10										
比較例5	合成実施例11										
比較例6	合成実施例12										
比較例7	合成実施例7						100				
比較例8	合成実施例8							100			
比較例9	合成実施例9								100		

40

【 0 1 5 9 】

【表 3】

	溶解性	明部電位(-V)	クラッキングの有無
実施例1	5	90	無し
実施例2	5	90	無し
実施例3	4	80	無し
実施例4	5	85	無し
実施例5	4	80	無し
実施例6	3	95	無し
実施例7	2	85	無し
実施例8	3	85	無し
実施例9	3	90	無し
比較例1	1	—	—
比較例2	1	—	—
比較例3	1	—	—
比較例4	5	140	無し
比較例5	5	145	無し
比較例6	5	140	無し

10

比較例 1～3 については電荷輸送剤が塗工液に溶解しなかったため、電子写真感光体を作製せず。

20

【0160】

【表 4】

	クラッキングの有無
実施例 9	無し
実施例 10	無し
実施例 11	無し
比較例 7	あり
比較例 8	あり
比較例 9	あり

30

【0161】

上記試験結果から、本発明に記載のジスチリルベンゼン化合物混合物は、溶剤に対する溶解性が良好であり、電子写真感光体の明部電位を低減することができ、クラッキングも起こり難い。

また、1段階の反応で合成したジスチリルベンゼン化合物混合物は簡便に合成可能であり、各々のジスチリルベンゼンの混合物に比べ溶剤に対する溶解性が向上する。

【図面の簡単な説明】

【0162】

【図 1】合成実施例 1 の IR チャート図である。

40

【図 2】合成実施例 2 の IR チャート図である。

【図 3】合成実施例 3 の IR チャート図である。

【図 4】合成実施例 4 の IR チャート図である。

【図 5】合成実施例 5 の IR チャート図である。

【図 6】本発明の電子写真感光体の層構成を示す図である。

【図 7】本発明の電子写真感光体の層構成を示す他の図である。

【図 8】本発明の電子写真感光体の層構成を示す他の図である。

【図 9】本発明の電子写真感光体の層構成を示す他の図である。

【図 10】実施例で合成したチタニルフトロシアニンの X 線回折スペクトルの図である。

【図 11】本発明の電子写真プロセス及び画像形成装置を説明するための概略図である。

50

【図 1 2】本発明の帯電部材を説明するための概略図である。

【図 1 3】本発明のカラー電子写真装置を説明するための概略図である。

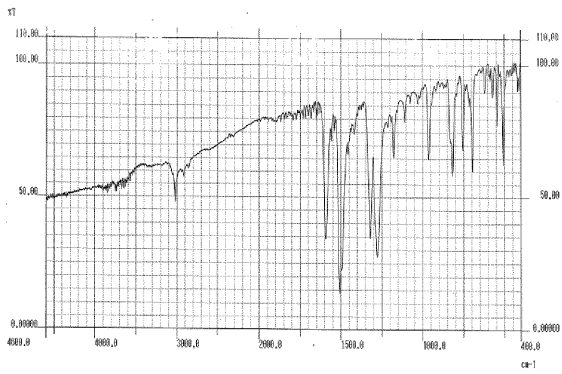
【図 1 4】本発明のプロカートリッジを説明するための概略図である。

【符号の説明】

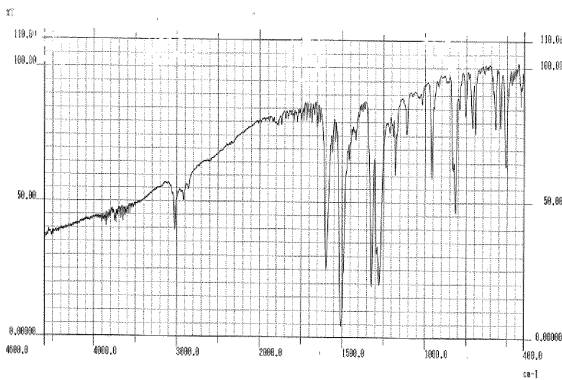
【 0 1 6 3 】

1	感光体	
2	帯電部材	
3	レーザ光	
4	現像部材	
5	クリーニング部材	10
6	画像形成ユニット	
7	転写紙	
8	給紙コロ	
9	レジストローラ	
1 0	転写搬送ベルト	
1 1	転写ブラシ	
1 2	定着装置	
2 1	感光体	
2 2	除電ランプ	
2 3	帯電チャージャ	20
2 4	画像露光部	
2 5	現像ユニット	
2 6	転写前チャージャ	
2 7	搬送ローラ	
2 8	転写紙	
2 9	転写チャージャ	
3 0	分離チャージャ	
3 1	分離つめ	
3 2	クリーニング前チャージャ	
3 3	ファーブラシ	30
3 4	ブレード	
1 0 1	感光体	
1 0 2	帯電手段	
1 0 3	露光手段	
1 0 4	現像手段	
1 0 5	転写体	
1 0 6	転写手段	
1 0 7	クリーニング手段	
6 0 1	導電性支持体	
6 0 2	感光層	40
7 0 1	導電性支持体	
7 0 2	電荷発生層	
7 0 3	電荷輸送層	
8 0 1	導電性支持体	
8 0 2	感光層	
8 0 4	下引き層	
9 0 1	導電性支持体	
9 0 2	電荷発生層	
9 0 3	電荷輸送層	
9 0 4	下引き層	50

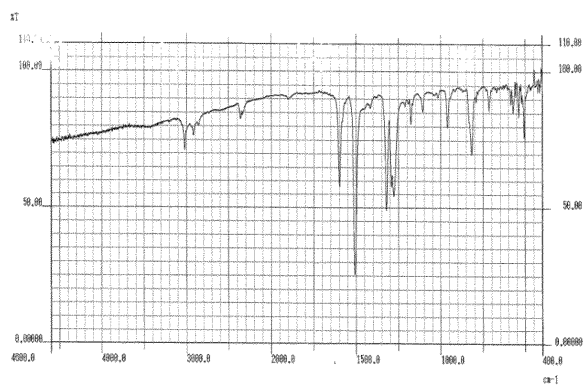
【図 1】



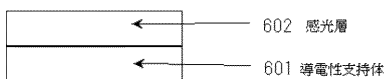
【図 2】



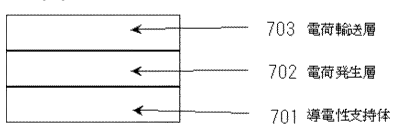
【図 5】



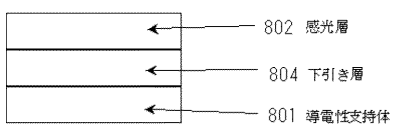
【図 6】



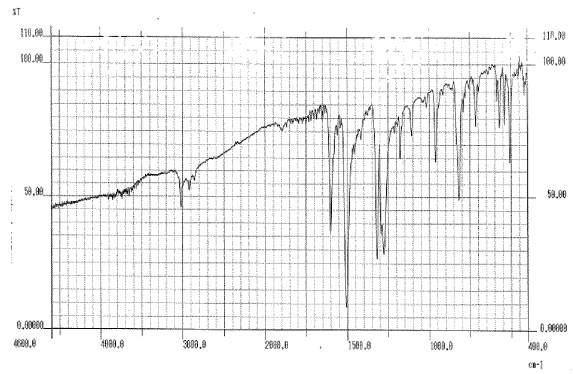
【図 7】



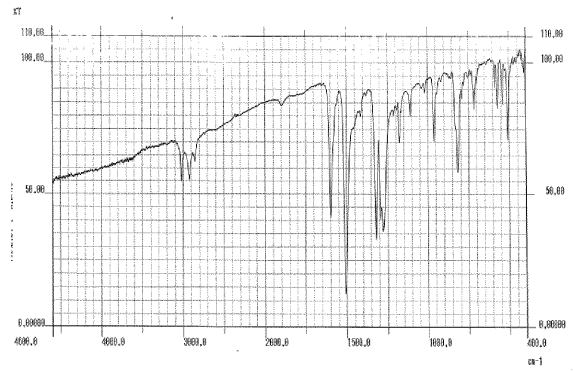
【図 8】



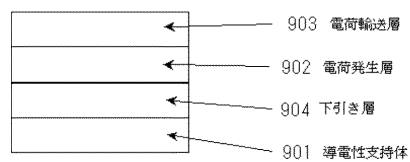
【図 3】



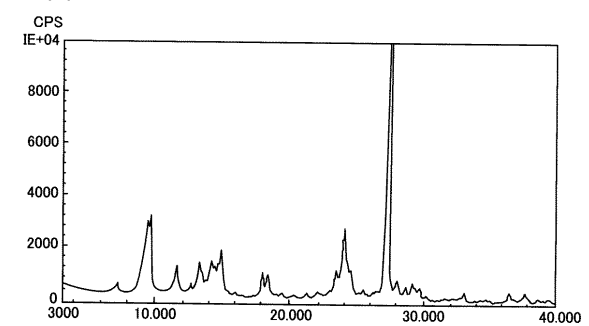
【図 4】



【図 9】



【図 10】



フロントページの続き

- (72)発明者 田元 望
東京都大田区中馬込 1 丁目 3 番 6 号 株式会社リコー内
- (72)発明者 島田 知幸
東京都大田区中馬込 1 丁目 3 番 6 号 株式会社リコー内
- (72)発明者 田中 裕二
東京都大田区中馬込 1 丁目 3 番 6 号 株式会社リコー内
- (72)発明者 池上 孝彰
東京都大田区中馬込 1 丁目 3 番 6 号 株式会社リコー内
- (72)発明者 中島 丈博
神奈川県川崎市幸区堀川町 6 6 - 2 興和川崎西口ビル 保土谷化学工業株式会社内
- (72)発明者 武居 厚志
神奈川県川崎市幸区堀川町 6 6 - 2 興和川崎西口ビル 保土谷化学工業株式会社内
- F ターム(参考) 2H068 AA20 EA04 FA13 FA27